

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/001174

International filing date: 21 January 2005 (21.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-014341  
Filing date: 22 January 2004 (22.01.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 10 March 2005 (10.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

PCT/JP2005/001174

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

21.01.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2004年 1月22日

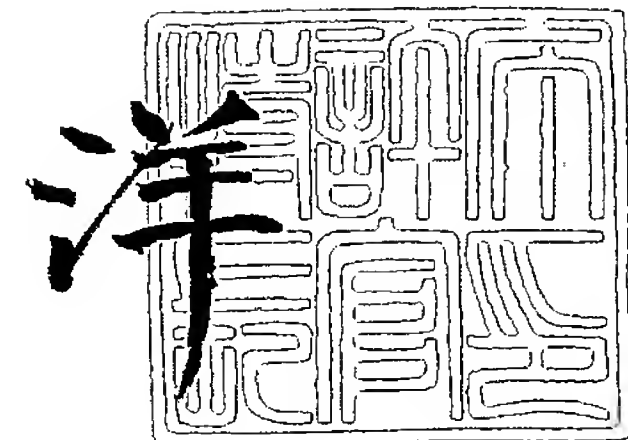
出願番号  
Application Number: 特願2004-014341  
[ST. 10/C]: [JP2004-014341]

出願人  
Applicant(s): クラスタイオンビームテクノロジー株式会社  
双葉電子工業株式会社

2005年 2月25日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2005-3015063

【書類名】 特許願  
【整理番号】 FDP1601MT  
【提出日】 平成16年 1月22日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【発明者】  
    【住所又は居所】 京都府長岡京市友岡 2 丁目 1 0 - 1 3  
    【氏名】 高木 俊宜  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県船橋市山手 2 丁目 2 - 1 - 2 0 3  
    【氏名】 中村 宏毅  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県長生郡長柄町六地蔵 3 3 6 番地  
    【氏名】 渡辺 寛  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県茂原市大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内  
    【氏名】 福田 辰男  
【特許出願人】  
    【識別番号】 501235194  
    【氏名又は名称】 クラスターイオンビームテクノロジー株式会社  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000201814  
    【氏名又は名称】 双葉電子工業株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100070002  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 川崎 隆夫  
    【電話番号】 03-3591-1004  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 002967  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

昇華性の蒸発材料を蒸着する真空蒸着方法において、噴射用開口を配した気体密封型加熱容器を用い、前記蒸発材料を該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持させ、該領域に保持される蒸発材料を前記加熱容器からの放射熱により蒸気化し、かつ該発生する蒸気を前記噴射用開口から容器外部の蒸着対象面に向けて噴射させることを特徴とする真空蒸着方法。

**【請求項 2】**

前記加熱容器は、前記蒸発材料が該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に供給口を有しており、該供給口から供給される前記蒸発材料は、前記加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持され、かつ前記放射熱による蒸発領域では、該供給され保持される蒸発材料を、加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、該発熱面に対向するように保持させることを特徴とする請求項 1 に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 3】**

前記蒸発材料が粉粒状であり、該粉粒状蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、かつ該発熱面に対向するように保持させることを特徴とする請求項 2 に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 4】**

前記加熱容器の発熱面からの放射熱を受けて生じた前記蒸発材料からの蒸気が、該加熱容器内の空間で熱擾乱運動しつつ、その一部が前記蒸発材料の表面に再付着し、かつ固相化して所要形態に維持されることを特徴とする請求項 3 に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 5】**

前記蒸発材料が成形体であり、該成形体蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、かつ該発熱面に対向するように保持させることを特徴とする請求項 2 に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 6】**

前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、該供給口を経て供給される前記粉粒状蒸発材料の存在、または前記成形体蒸発材料の存在によって維持されることを特徴とする請求項 3 または 5 に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 7】**

前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、前記蒸気の一部再付着による固相化によって維持されることを特徴とする請求項 2、3 または 5 の何れか 1 項に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 8】**

前記供給口への前記粉粒状蒸発材料の供給が、前記加熱容器内での蒸発材料の前記噴射に伴う減少に対応して行なわれることを特徴とする請求項 3 に記載の真空蒸着方法。

**【請求項 9】**

昇華性の蒸発材料を蒸着する真空蒸着において、噴射用開口を配しかつ内面からの放射熱により該蒸発材料を蒸気化する領域を有する気体密封型加熱容器と、前記蒸発材料を該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持させる保持部とを備え、前記発生する蒸気を前記噴射用開口から容器外部の蒸着対象面に向けて噴射させるようにしたことを特徴とする真空蒸着用密封型蒸発源装置。

**【請求項 10】**

前記加熱容器は、前記蒸発材料が該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域部分に該蒸発材料の供給口を有しており、該供給口から供給される前記蒸発材料は、前記加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持され、かつ前記放射熱による蒸発領域では、該供給され保持される蒸発材料を、加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面

に接触しない状態で、該発熱面に対向して保持させるようにしたことを特徴とする請求項 9 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。

【請求項 1 1】

前記蒸発材料が粉粒状であり、該粉粒状蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、かつ該発熱面に対向して保持させるようにしたことを特徴とする請求項 1 0 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。

【請求項 1 2】

前記蒸発材料が成形体であり、該成形体蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、かつ該発熱面に対向して保持させるようにしたことを特徴とする請求項 1 0 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。

【請求項 1 3】

前記蒸発材料の供給口ないしは前記保持部が、前記加熱容器からの伝導熱によっては該蒸発材料を蒸発させない位置部分に配したことを特徴とする請求項 9 ないし 1 2 の何れか 1 項に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。

【請求項 1 4】

前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、該供給口を経て供給される前記粉粒状蒸発材料の存在、または前記成形体蒸発材料の存在によって維持されるようにしたことを特徴とする請求項 1 0 ないし 1 2 の何れか 1 項に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。

【請求項 1 5】

前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、前記蒸気の一部再付着による固相化によって維持されるようにしたことを特徴とする請求項 1 0 ないし 1 2 の何れか 1 項に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。

【請求項 1 6】

前記供給口への前記粉粒状蒸発材料の供給が、前記加熱容器内での蒸発材料の前記噴射に伴う減少に対応して行なわれるようにしたことを特徴とする請求項 1 1 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置。



【書類名】 明細書

【発明の名称】 真空蒸着方法、及び真空蒸着用密封型蒸発源装置

【技術分野】

【0001】

この発明は、昇華性物質の真空蒸着において、蒸発物質の噴射開口を有する密封型加熱容器を用いた真空蒸着方法、及び真空蒸着用密封型蒸発源装置に関し、さらに詳しくは、蒸着室内と加熱容器内との圧力差を大きくとることで、その圧力差を利用して蒸発物質を噴射かつ蒸着させる方式を活用した真空蒸着方法と、その真空蒸着用密封型蒸発源装置に係るものである。なお、以下の説明では、蒸発材料と加熱容器及び関連構成要素を包括して「密封型蒸発源」と記述する。

【背景技術】

【0002】

従来から、真空蒸着の蒸発源には、蒸着室内と加熱容器内との圧力差を利用しない開放型と呼ばれる方式が広く用いられている。これとは逆に圧力差を大きくとり、その圧力差を利用して蒸発物質を噴射かつ蒸着させるようにした密封型と呼ばれる蒸発源（密封型蒸発源）を実用に供している事例を知ることは極めて難しい。

【0003】

固体からその蒸気を得る方法には、蒸発させる固体を保持した容器、ないしは同固体を置いた容器を電氣的に加熱して蒸気化させる方式とか、同固体に電子線を直接照射して蒸気化させる方式などがあり、このような各方式は一般に開放型蒸発源と呼ばれている。しかし、これらの何れの方式の場合も、蒸発気体を蒸着側の真空室から区分されたある容積の空間に蓄えると共に、圧力を得て噴射させる方式ではない。ここで、前記開放型蒸発源の場合、蒸発源から容器外部の蒸着対象面（以下、単に「基板」という）に向かう蒸発気体の並進速度は、蒸気化するために与えられる加熱温度で定まる個々の分子の自由運動の速度によって規定され、かつその場の条件における音速に等しいものとされている。

【0004】

一方、蒸発させる固体を保持した容器、ないしは同固体を置いた容器を加熱して蒸気化させる蒸発源を用い、該容器内の圧力を蒸着側の真空室内の圧力よりも遥かに高くすることで、小さな開口から気体噴射を得る密封型蒸発源の場合、その並進速度は噴射速度を得た相当分だけ増速されて超音速となる。

【0005】

而して、前記開放型蒸発源の場合、基板が水平であるならば、該基板上に形成される蒸着膜の膜厚分布は、蒸発領域の任意の1点を中心軸にして考えると、その放射角度の変化に従ってなだらかな凸面の円形状を呈す。また、前記密封型蒸発源の場合、同様に基板が水平であるならば、該基板上に形成される蒸着膜の膜厚分布は、1個毎の各開口部の形状を問わずに、その開口面積が小さくて、かつある通過距離があるときには、気体粘性流としての蒸気が、開口の特定の1点を中心軸にして、その放射角度の変化に従って比較的急峻な凸面の円形状を呈す（実際には、その投射形状は開口の壁面抵抗が関係し、抵抗の大きい側に拡散する）ことになる。

【0006】

ここで、分子運動の速度の如何は、蒸着膜質の良否を左右する要件の一つであるが、それぞれに前記した音速に等しい並進速度の開放型蒸発源の場合と、超音速の並進速度を出す密封型蒸発源の場合とでは、噴射方向という一方向のみの速度であっても、その方向に速い速度をもつ密封型蒸発源の方が良好な膜質を得やすい。また、密封型蒸発源では、膜厚が急峻な凸面を呈すこと、すなわち、蒸発物質が基板に向かって狭い指向性を有して噴射されることは、一定領域における膜厚形成速度が速いことを示す。さらに、噴射蒸気の断熱膨張過程で形成される分子クラスターに電子を照射してイオン化クラスターを作り、かつこれに電界をかけて加速することにより、膜質を向上させることができることはクラスターイオンビーム法として広く知られている。噴射蒸気もっている超音速性及び指向性やクラスター形成性などの密封型蒸発源のもつ特性はもっと利用されて良い。しかし、

実験ではしばしば目にすることができても、実用化されている例を知ることは極めて稀である。その理由は次のように考えられる。

【0 0 0 7】

(1). これまでの密封型蒸発源では、内部圧力が上昇するので蒸発気体の噴射に伴って蒸発材料のそれ自体も速い速度で噴射開口から飛散する。これは単に材料損失であるばかりではなく、この飛散材料が基板に衝突して形成される蒸着膜質を傷付けるのである。つまりは超音速の並進速度を得るための高い内部圧力が高速の材料飛散現象を招くのである。

【0 0 0 8】

(2). 密封型蒸発源の圧力下では、噴射されない蒸気が該蒸発源の内部で再凝固するため、温度条件が同一で、かつ気化可能な表面積が同一であるならば、圧力のない開放型蒸発源の方が蒸発量は大きい。

【0 0 0 9】

(3). 密封型蒸発源では、段取り段階で蒸発材料を内部に保持ないしは置くのに当り、これを小さな噴射開口から挿入することが難しいことから、蒸発源を一旦開放状態にした上で蒸発材料を挿入し、その後密封する必要がある。この際、蒸発源の容器自体だけではなく、加熱機構部分の解体作業とか、内部に装着した材料飛散防止バリア（後に説明する）の取り外し作業等を伴うので、開放型蒸発源でのように簡単には作業することができない。

【0 0 1 0】

(4). 密封型蒸発源では、蒸発中に蒸発材料を補充することが一層難しい。これに対して開放型蒸発源では、十分な空間があるので連続供給が行なわれる場合が多くある。

【0 0 1 1】

続いて、これらの各問題点についてより一層詳しく説明する。先ず、上記 (1) 項の材料飛散の点であるが、開放型や密封型の如何にかかわらず、容器自体を加熱した上で、その温度によって蒸気を得る場合の従来技術には、重要な共通点がある。この共通点とは、蒸発物質が伝導熱を受け取って蒸発する工程を経ていることである。この場合、保持ないしは置かれる蒸発材料の種類は、熱溶解を経て蒸発する物質、あるいは昇華性物質の如何に関わりがない。そこで伝導熱による蒸発においては、どのようにして材料飛散が発生するのかを検討する。

【0 0 1 2】

図 1 1 は、従来の代表的な開放型蒸発源の例である。

【0 0 1 3】

【非特許文献 1】日本学術振興会・薄膜第 1 3 1 委員会編『薄膜ハンドブック』（P 9 9, 1 0 0 に表示された「外熱式るつぼ」の該当記事及び図 2・7 5 の (a) 図を参照）。

【0 0 1 4】

また、図 1 2 は、従来の代表的な密封型蒸発源の例である。

【0 0 1 5】

【特許文献 1】特許第 2 7 1 0 6 7 0 号公報（特に、従来技術として示された第 4 図を参照。この場合には、表示されてこそいないのではあるが、その加熱手段が加熱容器の側面部への電子ボンバードによるものと考えられる）。

【0 0 1 6】

前記図 1 1 に示す従来の開放型蒸発源である外熱式るつぼ 1 0 0 においては、熱シールドを施した外側るつぼ 1 0 1 の内部にあって、器壁部に加熱用タングステンコイル 1 0 3 を捲装して内包させた上部開放型で有底状のアルミナセメント製内側るつぼ（この場合、加熱容器に該当）1 0 2 を配置し、該加熱容器 1 0 2 の内部に収容させる蒸発材料（この図 1 1 には表示されていない）をタングステンコイル 1 0 3 への通電加熱によって蒸気化させるようにしたものである。

【0 0 1 7】

すなわち、この開放型蒸発源である加熱容器 1 0 2 の場合、蒸発材料は図示されてい



いのであるが、該加熱容器 1 0 2 の器壁部からの熱が底面にまでも及ぼされており、かつその容器周囲を熱シールドするつば 1 0 1 で覆って発生熱が外部にできるだけ逃げないようにしているので、蒸発源内面に直接接触する蒸発材料は、その伝導熱によって蒸発されることが良く分かる。

#### 【0 0 1 8】

また、前記図 1 2 に示す従来の密封型蒸発源である蒸気発生源用るつば 1 1 0 においては、有底状のるつば（この場合にも、加熱容器に該当） 1 1 1 を用い、該加熱容器 1 1 1 の内部に所要量の蒸発材料 1 1 4 を収容させた上で、その上方開口部を中心部にノズル開口 1 1 3 をもつ蓋板 1 1 2 によって開閉自在に閉塞させるようにしたものである。

#### 【0 0 1 9】

従って、この密封型蒸発源である加熱容器 1 1 1 の場合には、蒸発材料 1 1 4 が上部の空間を除いて発熱部に直接接触しているから、明らかに伝導熱によって蒸発させるのである。

#### 【0 0 2 0】

一般に、凝固体（固体、液体）が蒸発するためには、蒸気が存在し得る空間を必要とする。開放型蒸発源の例を示す図 1 1 で言えば、真空室との圧力境界を持たない上部の空間が蒸気が存在領域である。この蒸発源装置の場合、蒸発材料が受け取る熱の温度は、加熱容器 1 0 2 との接触面で最も高く、該接触面から遠くなるに従い低下する。一方、接触面領域では、加熱温度が蒸気化温度に達してはいても、蒸気が存在し得る空間自体がないことから、ここでの凝固体（蒸発材料）は蒸気化せずに温度が次第に上昇（顕熱化）すると共に、該接触面領域から離れた部分での蒸発材料に熱を与え、ある時間が経過すると、空間を界面とする蒸発物質の表面領域の温度が気化温度に達して蒸発現象が起きる。

#### 【0 0 2 1】

そして、この場合、固体から液体に相変化する物質では、加熱容器 1 0 2 の内部で対流運動があるために容器全体の熱が均一化し易い。しかし、昇華性物質の場合には、対流が起り得ないからその均一化は難しい。何れの場合においても、与える温度が高過ぎるときや、温度の立上り時間を短縮させたときなどには、発熱体である加熱容器 1 0 2 の発熱面領域に直接接触している蒸発材料が顕熱限界を超え蒸気化して空間を求めるため、この結果、材料飛散を引き起こすのである。

#### 【0 0 2 2】

また、昇華性物質では、蒸発材料の形態として、蒸発源である加熱容器内部の形状に沿い易い粉粒状のものを採用することが多いため、この場合にも激しい飛散が発生する。すなわち、この種の材料飛散現象は、いわゆるスプラッシュやスピットとも呼ばれて蒸発材料の歩留りを低下させるだけにとどまらず、これが基板蒸着面に衝突すれば膜面を傷め、かつ蒸発量も安定しなくなるのである。

#### 【0 0 2 3】

一方、開放型蒸発源においては内部圧力が発生しないので、伝導熱による蒸発ではあっても、温度抑制や温度の立上り時間の制御によって材料飛散を抑制できるのであるが、内部圧力が存在する密封型蒸発源では、温度抑制や温度の立上り時間の制御によっては十分な材料飛散防止対策ができない。すなわち、図 1 2 に示すような密封型蒸発源の場合にあっては、蒸気と共に材料が噴射されるために、その速度は開放型の場合よりも著しく、基板に到達して膜質を傷めることになる。

#### 【0 0 2 4】

そこで、密封型蒸発源にあっては、蒸着材料の飛散防止手段としてのバリアが利用される。図 1 3 は、蒸発源の加熱容器内部に飛散防止のバリアを組み込んだ形態例である。

#### 【0 0 2 5】

すなわち、図 1 3 に示するつば 1 2 0 においては、加熱容器 1 2 1 として、上部電極 1 2 3 を有して頂面中心部に噴射開口（ノズル） 1 2 4 のある上部加熱筒体 1 2 2 と、下部電極 1 2 6 を有して内底部に昇華性の蒸発材料 1 2 9 を収容する下部加熱筒体 1 2 5 とを上下分割可能に設けると共に、この分割面を利用すること、ひいては容器内空間相当部に



上下2段の各バリア板127, 128を所要間隔で着脱自在に組み込み、かつこれらの上部バリア板127と下部バリア板128とに対向位置を相互にずらせた各通孔127a, 128aを開口して構成し、前記各電極123, 126への通電によって該加熱容器121自体を抵抗加熱させるようにする。

#### 【0026】

前記構成による加熱容器121の場合には、加熱を受けて蒸着材料129の表面側に発生する蒸気が激しく運動するが、それぞれの各バリア板127, 128に開口させた各通孔127a, 128aが相互にずらされているために、到底直線的には通り抜けられず、これらの各バリア板127, 128に衝突してランダムな動きをすることになる。すなわち、この動きによって材料飛散を抑制するのである。

#### 【0027】

しかし、密封型蒸発源の場合、蒸着材料の飛散を完全に抑えるためには、必然的にバリア構造自体を複雑化して蒸気の通過空間を狭めなければならない。その結果は蒸気の再凝固する率が大きくなり、かつ半面では噴射量が低下することになるもので、いわゆる蒸着レートが小さくなって実用に適う良好な蒸発源にはなり得ない。

#### 【0028】

すなわち、これまでの密封型蒸発源では、長時間に亘る蒸着や高い蒸着レートを得ることを意図して、たとえ蒸発材料の収容量を多くしても、材料飛散も比例的に多くなってしまいうから、蒸発材料の種類、その収容量、加熱温度、蒸着時間等を絞り込まざるを得なかったものであり、このことが密封型蒸発源の利用を実験室段階に留め、広く実用化することを困難にしていた大きな理由の一つである。

#### 【0029】

次に、上記(2)項の蒸発量の点については、ある同一温度条件下で空間との界面面積を同一として開放型蒸発源と密封型蒸発源との蒸発量を比較すると、時間当りの蒸発量は開放型蒸発源の方が大きいことは当然であり、この開放型蒸発源では、蒸気が全て真空空間にその場の条件における音速で並進する。一方、密封型蒸発源においては、ある圧力の下で界面面積からの蒸気の一定量が未蒸発の材料表面に再付着して凝固体に戻り、一定の動的均衡条件の下でのみ開口から超音速で噴射されるのである。

#### 【0030】

また、上記(3)項については、図11からも容易に分かる通り、開放型蒸発源の場合、そのままの態様で蒸発材料を投入して供給できる。しかし、密封型蒸発源では、図12のように噴射開口113のある蓋板112を一旦は取り外すか、あるいは、加熱容器111の胴部に分割部を形成して解体しない限りは蒸発材料114を供給することが難しい。そして、この場合、蒸発源には必ず加熱機構が設けられているので、この加熱機構をも解体しなければならず、さらに、図13のように容器内部にバリア板が組み込まれているときは、これをも取り外さなければならないので、その取扱いは明らかに開放型蒸発源の方が有利である。

#### 【0031】

最後に、上記(4)項についてはあらためて述べるまでもないが、(3)項でも説明した通り、密封型蒸発源では、段取り段階ですら解体を伴う作業であるから、蒸発中における蒸発材料の供給は不可能である。仮に噴射開口から蒸発材料を供給することができたとしても、蒸気の噴出自体を否定するか、または一定の噴射そのものを否定することになる。そして、開放型蒸発源では、広い開放空間を利用することで蒸発中に蒸発材料を供給している事例のあることが知られている。

#### 【0032】

以上、(1)ないし(4)の各項目について、開放型蒸発源と比較しながら密封型蒸発源での問題点と実情とを説明したが、これらの各項目を改善しない限り、中でも(1)項を解決しない限りにおいては、蒸発自体の超音速並進速度やその他の効果が分かっているにもかかわらず密封型蒸発源を活用することは難しいのである。

#### 【発明の開示】

**【発明が解決しようとする課題】****【0033】**

この発明が解決しようとする課題は、上記密封型蒸発源に伴う各項目の問題点を解決して、昇華性材料の領域で該密封型蒸発源を効果的に実用化可能にすることである。

**【0034】**

先に、蒸発における並進速度が蒸着膜質にかかわる点について簡単に述べた。ここで、前記並進速度は分子運動速度に依存しており、該分子運動速度は温度に依存しているのであるが、同じ温度ではあっても、密封型蒸発源の場合には、開放型蒸発源に比較してその並進速度が大きく異なる。次に示すのは、比熱比が広く知られている水蒸気を例にした場合での両並進速度の比較である。

**【0035】**

すなわち、100℃での水蒸気分子の自由な運動速度は415m/秒である。これを音速である並進速度に直すと300m/秒となる。そして、密封型蒸発源における真空室内の気圧を $8 \times 10^{-3}$  Paとし、かつ100℃の蒸発源内の圧力を133 Paと設定するならば、噴射開口からは1179m/秒の並進速度が得られる。すなわち、同じ温度ではあっても、およそ4倍に達する並進速度が得られるもので、その相当分だけ蒸着膜質を形成するエネルギーが大きい。

**【0036】**

前記水蒸気を例にした考え方は、他の分子を扱う場合にあっては、数値が異なって適用される。この場合、蒸着膜質を向上させることが分子の高い運動速度のみにかかっているわけではないが、分子運動速度は最も重要な要素の一つである。また、蒸発源自体の能力で個々の分子の運動速度を引き上げる方法は、現状においては密封型蒸発源にしか存在しない。

**【0037】**

しかし、現状では、先に述べた理由によって密封型蒸発源を広く利用できないため、開放型蒸発源を利用して蒸着膜質を向上させる技術が存在するのである。例えば、開放型蒸発源とアルゴンイオンアシストとの組合せとか、あるいはスパッタリングによる蒸着は、開放の条件下で比較的良質の蒸着膜を得るための解決方法の例であり、その何れもイオン効果と分子運動速度の向上が寄与している。しかし、これらの各方法から良質の蒸着膜が得られても、アルゴンイオンアシストでは価格の高いアルゴンイオンユニットが必要とされ、かつスパッタリングでは装置価格、ターゲット価格が共に高価であり、その生産性についても必ずしも高いとは言えないのである。

**【0038】**

そこで、この発明においては、先に述べたように、密封型蒸発源が不可避免的に持つことになる前記(1)ないし(4)の各項目の問題点を昇華性物質の蒸着について解決できさえすれば、前記のアルゴンイオンアシストやスパッタリングに匹敵する蒸着膜質を得るための道が開けて、良好な蒸着膜質と高い生産性、低コスト化が可能になり、併せて、クラスターイオン技術の実用化が容易になるのである。

**【課題を解決するための手段】****【0039】**

一般に、蒸発源の加熱容器にあつては、必然的に能動的な発熱領域と受動的な発熱領域とが存在する。例えば、抵抗加熱による加熱容器の場合には、通電している領域部分が能動的発熱領域であり、かつその他の領域は該能動的発熱領域の熱を主に伝導によって得ている受動的発熱領域である。このため、能動的発熱領域の温度は、必ず受動的発熱領域の温度よりも高く、基本的に蒸発は能動的発熱領域の温度に依存している。そして、このような発熱領域の区分は、抵抗加熱ばかりではなく、その他の加熱手段でも必ず存在するもので、例えば、電子ボンバードであれば、該ボンバードを受ける領域部分が能動的発熱領域であり、他の領域部分は受動的発熱領域に対応する。

**【0040】**

先にも述べた通りに、伝導熱によって蒸発を得るのには、蒸発材料の接している面の熱



が蒸気化温度に達しても発生する蒸気にとって存在し得る空間がないことに等しいので、必然的に材料飛散を招き易い。特に、密封型蒸発源では、その内部圧力の高さから、より速い速度での材料飛散が発生するのである。

#### 【 0 0 4 1 】

このため、前記伝導熱に代えて、放射熱によって蒸発材料を蒸発させること、ひいては加熱容器の能動的発熱面からある距離を隔てた受動的発熱領域の中での蒸発温度に達しない位置部分に蒸発材料を保持させるようにすれば、結果的に蒸発材料の表面は空間との界面になり、かつ気化現象はこの領域部分のみで起こるから、理論上では材料飛散が発生することがない。また、該気化現象とは、気化しない蒸発材料の層では潜熱状態であるために、保持されている蒸発材料の温度が上昇することもない。

#### 【 0 0 4 2 】

また、重力の存在する空間においては、気体以外のあらゆる「もの」が、広義での地上に保持する／保持されること、置く／置かれること、固定する／固定されることはいかなる場合にも伴う厳正な事実である。これを蒸着装置と蒸発源、蒸発材料と蒸発源を構成する加熱容器の関係として説明すれば、蒸発源は蒸着装置に固定され、蒸発材料は加熱容器に保持ないしは置かれている。この相互関係を加熱容器での発熱領域の観点から見れば、加熱容器の受動的発熱領域を蒸着装置に対する固定位置とするのが絶対的に合理的であると共に、蒸発材料を保持ないしは置く位置は、絶対的に該加熱容器の受動的発熱領域である方が安定して保持できることになる。

#### 【 0 0 4 3 】

すなわち、このように蒸発源を構成することによって、蒸発材料は相の変化を免れる、つまり、昇華性物質では固体が蒸気化するのを免れ得て静的安定を維持し得るもので、これを言い換えると、先に述べた材料飛散を防止する手段を、この考え方に見出すことができる。

#### 【 0 0 4 4 】

一方、加熱容器の能動的発熱領域を十二分に蒸発可能な温度にまで引き上げても、その受動的発熱領域を蒸発温度未満に維持することは比較的容易に可能である。何故ならば、固定のための構造が発生熱を伝導によって他の領域に逃がすことになるからであり、かつその該当部分には冷却手段を施すことができるからである。すなわち、このことから、蒸発材料を受動的発熱領域に安定して保持ないしは置き続けることができるのである。

#### 【 0 0 4 5 】

これまでの蒸発源では、伝導熱によって蒸発を得ようとするから、むしろ、この領域を蒸発温度に維持するための様々な工夫を施すようにしており、これはその方が蒸発材料の全体を可及的均等に温度上昇させることができ、この結果、蒸発効率を高くできるからである。しかし、放射熱によって蒸発させる昇華性の蒸発材料を安定して保持しようとするのならば、その保持位置は、蒸発温度を与える能動的発熱領域から離れ、かつ蒸発温度には達しない受動的発熱領域であることが必然である。すなわち、もしもその保持位置が蒸発温度に達しているならば、蒸発材料を安定して保持すること自体が不可能になるからである。

#### 【 0 0 4 6 】

すなわち、この発明に係る請求項 1 に記載の真空蒸着方法は、昇華性の蒸発材料を蒸着する真空蒸着方法において、噴射用開口を配した気体密封型加熱容器を用い、前記蒸発材料を該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持させ、該領域に保持される蒸発材料を前記加熱容器からの放射熱により蒸気化し、かつ該発生する蒸気を前記噴射用開口から容器外部の蒸着対象面に向けて噴射させることを特徴としている。

#### 【 0 0 4 7 】

この発明に係る請求項 2 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 1 の真空蒸着方法において、前記加熱容器は、前記蒸発材料が該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に供給口を有しており、該供給口から供給される前記蒸発材料は、前記加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持され、かつ前記放射熱による蒸発領域では、該供給

され保持される蒸発材料を、加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、該発熱面に対向するように保持させることを特徴としている。

【0 0 4 8】

この発明に係る請求項 3 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 2 の真空蒸着方法において、前記蒸発材料が粉粒状であり、該粉粒状蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、かつ該発熱面に対向するように保持させることを特徴としている。

【0 0 4 9】

この発明に係る請求項 4 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 3 の真空蒸着方法において、前記加熱容器の発熱面からの放射熱を受けて生じた前記蒸発材料からの蒸気が、該加熱容器内の空間で熱擾乱運動しつつ、その一部が前記蒸発材料の表面に再付着し、かつ固相化して所要形態に維持されることを特徴としている。

【0 0 5 0】

この発明に係る請求項 5 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 2 の真空蒸着方法において、前記蒸発材料が成形体であり、該成形体蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、かつ該発熱面に対向するように保持させることを特徴としている。

【0 0 5 1】

この発明に係る請求項 6 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 3 または 5 の真空蒸着方法において、前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、該供給口を経て供給される前記粉粒状蒸発材料の存在、または前記成形体蒸発材料の存在によって維持されることを特徴としている。

【0 0 5 2】

この発明に係る請求項 7 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 2、3 または 5 の何れか 1 項の真空蒸着方法において、前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、前記蒸気の一部再付着による固相化によって維持されることを特徴としている。

【0 0 5 3】

この発明に係る請求項 8 に記載の真空蒸着方法は、前記請求項 3 の真空蒸着方法において、前記供給口への前記粉粒状蒸発材料の供給が、前記加熱容器内での蒸発材料の前記噴射に伴う減少に対応して行なわれることを特徴としている。

【0 0 5 4】

この発明に係る請求項 9 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、昇華性の蒸発材料を蒸着する真空蒸着において、噴射用開口を配しかつ内面からの放射熱により該蒸発材料を蒸気化する領域を有する気体密封型加熱容器と、前記蒸発材料を該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持させる保持部とを備え、前記発生する蒸気を前記噴射用開口から容器外部の蒸着対象面に向けて噴射させるようにしたことを特徴としている。

【0 0 5 5】

この発明に係る請求項 1 0 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 9 の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記加熱容器は、前記蒸発材料が該加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域部分に該蒸発材料の供給口を有しており、該供給口から供給される前記蒸発材料は、前記加熱容器からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持され、かつ前記放射熱による蒸発領域では、該供給され保持される蒸発材料を、加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態で、該発熱面に対向して保持させるようにしたことを特徴としている。

【0 0 5 6】

この発明に係る請求項 1 1 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 1 0 の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記蒸発材料が粉粒状であり、該粉粒状蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、



該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態でかつ該発熱面に対向して保持させるようにしたことを特徴としている。

【0 0 5 7】

この発明に係る請求項 1 2 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 1 0 の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記蒸発材料が成形体であり、該成形体蒸発材料が前記加熱容器に設けた供給口から供給されると共に、前記放射熱による蒸発領域では、該供給される蒸発材料を加熱容器内の蒸発可能な温度を有する発熱面に接触しない状態でかつ該発熱面に対向して保持させるようにしたことを特徴としている。

【0 0 5 8】

この発明に係る請求項 1 3 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 9 ないし 1 2 の何れか 1 項の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記蒸発材料の供給口ないしは前記保持部が、前記加熱容器からの伝導熱によっては該蒸発材料を蒸発させない位置部分に配したことを特徴としている。

【0 0 5 9】

この発明に係る請求項 1 4 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 1 0 ないし 1 2 の何れか 1 項の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、該供給口を経て供給される前記粉粒状蒸発材料の存在、または前記成形体蒸発材料の存在によって維持されるようにしたことを特徴としている。

【0 0 6 0】

この発明に係る請求項 1 5 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 1 0 ないし 1 2 の何れか 1 項の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記加熱容器に設けた供給口の気体密封性が、前記蒸気の一部再付着による固相化によって維持されるようにしたことを特徴としている。

【0 0 6 1】

この発明に係る請求項 1 6 に記載の真空蒸着用密封型蒸発源装置は、前記請求項 1 1 の真空蒸着用密封型蒸発源装置において、前記供給口への前記粉粒状蒸発材料の供給が、前記加熱容器内での蒸発材料の前記噴射に伴う減少に対応して行なわれるようにしたことを特徴としている。

【発明の効果】

【0 0 6 2】

この発明の請求項 1 ないし 8 に記載の各真空蒸着方法、及び請求項 9 ないし 1 6 に記載の各真空蒸着用密封型蒸発源装置によれば、昇華性蒸発材料における真空蒸着技術に密封型蒸発源を採用することが可能になり、この密封型蒸発源の採用によって蒸着膜質とその生産性を飛躍的に高め得るのである。そして、このように密封型蒸発源を採用できるように、開放型蒸発源に比較するとき、蒸気の並進速度が効果的に速められて蒸着膜質の向上に大きく寄与できるなどの実用上、極めて優れた種々の特長を発揮し得るのである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0 0 6 3】

以下、この発明に係る真空蒸着方法、及び真空蒸着用密封型蒸発源装置の各別による実施例 1 ないし 4 につき、図 1 ないし図 1 0 を参照して詳細に説明する。

【0 0 6 4】

ここで、実施例 1 は、蒸発材料が成形体もしくは特に形態を問わない状態であるところの、例えば、粉粒状の昇華性材料であって、るつぼを形成している横断面中空円筒状の加熱円筒内に対する昇華性材料の供給を手作業で行なう場合の一例（関連図は図 1、図 2）と、その変形例（関連図は図 3、図 4）とである。実施例 2 は、蒸発材料が粉粒体であって、縦断面中空テーパ円筒状の加熱円筒内に対して昇華性材料を連続して供給する場合の一例（関連図は図 5、図 6、図 7）である。実施例 3 は、蒸発材料が粉粒体であって、横断面中空円筒状の加熱円筒内に対して昇華性材料を連続して供給する場合の一例（関連図は図 8）と、その変形例（関連図は図 9）とである。実施例 4 は、蒸発材料が成形体であって、横断面中空円筒状の加熱円筒を用い、かつ成形体の保持部を保持基盤から切り離

せるようすると共に、蒸発材料の供給を簡単な断続動作で行なう場合の一例（関連図は図 10）で、この実施例 4 によっては実施例 2、3 とは異なる材料供給が可能である。

#### 【0065】

また、これらの各実施例における昇華性の蒸発材料としては、この場合、SiO（一酸化珪素）を取り上げた。この SiO の材料は、例えば、眼鏡レンズの表面保護膜とか、電子回路における電気絶縁膜や、合成樹脂フィルムの気体遮断膜（この場合は、酸化させて SiO<sub>2</sub>、すなわち二酸化珪素膜にすることが多い）など、非常に広く用いられている。なお、この昇華性蒸発材料としては、その他にも無機物質として Cr、Sn、Sr、Mg、SnO、ZnO、CdS、CdTe、PbS 等があり、かつ有機物質にも同種の昇華性物質が多数ある。

#### 【0066】

さらに、各実施例に採用した加熱方式は、全て加熱容器の構成材料であるグラファイトに通電して高熱を得る抵抗加熱である。ここで、抵抗加熱のみが唯一の加熱方式でないことは既に述べたが、この抵抗加熱方式は全体構成のそれ自体が比較的簡単であり、構成材料であるグラファイトも入手し易くかつ加工し易い。一方、SiO は電気絶縁物質であるから、密封型蒸発源は、これに合わせた装置構造であるが、導電物質である場合には、装置構造をそれに合わせなければならないことは言うまでもない。

#### 【実施例 1】

#### 【0067】

現在、例えば、眼鏡レンズの表面に対して SiO（蒸発材料）保護膜を蒸着形成する場合にあっては、真空槽の上部に多数のレンズを並べて配置し、かつその下部に開放型の蒸発源を設置した上で、一般的には抵抗加熱手段で蒸着させるようにしている。そして、この場合には、レンズの入れ替えを手作業で行ない、同時に蒸発材料の補充についても手作業で行なっている。このようにして基板（蒸着対象基板である眼鏡レンズ）の交換作業や蒸発材料の補充作業を行なうものは、他にも多数ある。

#### 【0068】

ここでの蒸発材料である SiO には、微粉末や数ミリ大のタブレット、ターゲットと呼ばれる精密成形材料とか、不規則な大きさや形状の材料などの様々なものがあり、これらのものを製造者が市販している。また、特定の製造者でなくとも、比較的簡単な設備で粉末から成形品を得ることができる。

#### 【0069】

先にも述べたように、この実施例 1 は、上記請求項 1 による真空蒸着方法と、これに対応する上記請求項 9 による真空蒸着用密封型蒸発源装置に基づくものの場合であり、基板の交換や蒸発材料の補充を手作業で行なう実施例形態のものである。

#### 【0070】

すなわち、図 1 は、この発明の実施例 1 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図であり、図 2 は、同上密封型蒸発源装置を上方から見たときの概念的な平面図である。また、図 3 は、同上密封型蒸発源装置の変形例を概念的に示す縦断側面図、図 4 は、同上変形例による密封型蒸発源装置を上方から見たときの概念的な平面図である。なお、ここでの蒸発材料である SiO の形態は、図 1 と図 2 とが事前成形された成形体の場合であり、図 3 と図 4 とが粉末状態のままの場合である。但し、以下の説明中でも述べるように、これらの双方の形態とも、その形状でなければならないものではない。

#### 【0071】

これらの図 1、図 2 の各構成において、この実施例 1 による真空蒸着用の密封型蒸発源装置 10 は、全体的に横断面円筒形状をなしてつばを形成する加熱容器 11 を有し、この場合、該加熱容器 11 は、上下に 2 分割可能な上部加熱円筒 12a と下部加熱円筒 12b とからなっており、これらの各加熱円筒 12a、12b の内部には、蒸気化空間 21 が形成されている。また、上部加熱円筒 12a の上端面部分と下部加熱円筒 12b の下端部部分とには、フランジ状をなす抵抗加熱通電用の上部電極 13a と下部電極 13b とがそ



れぞれに設けられ、これらによって通電される区間の各加熱円筒 1 2 a, 1 2 b が先にも述べた能動的発熱領域 A に該当し、かつその他の各領域部分が受動的発熱領域 B に相当していて、各加熱円筒 1 2 a, 1 2 b からの熱を得て温度上昇されることになる。

#### 【0 0 7 2】

前記上部加熱円筒 1 2 a での上端側閉塞部の中心部分には、発生蒸気の噴射のための噴射開口（図ではノズル）1 4 を開口させてあり、かつ前記下部加熱円筒 1 2 b での内底部の中心部分には、次に述べる蒸発材料の成形体 2 2 を供給して保持させるための凹陷状の保持部 1 5 を形成してある。一方、この保持部 1 5 を配した下部加熱円筒 1 2 b の下端部側は、固定台 1 6 上に固定支持させると共に、該固定台 1 6 に冷却配管 1 7 を施して円筒下端部を外側から冷却させることにより、各加熱円筒 1 2 a, 1 2 b の該当部分を蒸発不能領域（蒸発材料が加熱容器 1 1 自体からの伝導熱によっては蒸発しない領域）C に維持させるようにし、かつ固定台 1 6 自体の周辺部を高熱から保護する。

#### 【0 0 7 3】

前記蒸発材料、この場合、粉粒状の S i O については、供給保持させる前に予め保持し易い所要形状に成形することで成形体 2 2 とし（但し、粉粒状昇華性蒸発材料 S i O の事前成形は必ずしも絶対条件ではない。例えば、前記図 1 での凹陷状に形成された保持部 1 5 に対して、ここでの蒸発材料 S i O を可能な高さまで堆積させても良いもので、たとえばどのような形状にするのにもせよ、この蒸発材料 S i O が蒸発温度に達している領域 A には接触しないようにすれば良い）であり、該成形体 2 2 は、前記加熱容器 1 1 の下部加熱円筒 1 2 b から上部加熱円筒 1 2 a を一旦分割した上で、その内底部中心の保持部 1 5 に下端部を嵌着して保持させるのである。このため、蒸発不能領域 C から下方は蒸発温度に達することがないから、成形体 2 2 が安定した状態のままで維持されることになる。

#### 【0 0 7 4】

また、ここでは図示省略したが、前記上部電極 1 3 a に取り付けて用いる給電部については、前記加熱容器 1 1 内への成形体 2 2 の交換等を迅速かつ簡単に行ない得るようにするために、その取り付け構造を可及的に簡略化してある。従って、該成形体 2 2 の交換、補充等に際しては、上部電極 1 3 a からの給電部の取り外し操作が伴うことにこそなるのであるが、従来技術で採用されている材料飛散防止バリアの着脱がなくなるので、その分だけ作業自体が簡素化され、かつ作業時間も短縮される。この実施例 1 では、該成形体 2 2 の交換作業が 1 0 分以内で終了することが確かめられた。

#### 【0 0 7 5】

そして、前記成形体 2 2 と能動的発熱領域 A でもある加熱容器 1 1 の内部壁面との間には、前記蒸気化空間 2 1 が介在されているので、該成形体 2 2 は、自動的に表面側から蒸気化されると共に、その発生蒸気のうちのある分量が小さな開口面積の噴射開口 1 4 から噴射され、かつ残りの分量は成形体 2 2 の表面に再付着して固相化する。従って、ここでは先に述べた材料飛散の発生する理由が全く存在せず、該蒸気の噴射に伴う材料飛散現象が巧みに回避されるのである。

#### 【0 0 7 6】

一方、前記成形体 2 2 の保持形態では、その蒸気化される表面積を可及的に広く取ることができる。すなわち、伝導熱による蒸発（従来の場合に該当）であるならば、その上面对応の水平表面全域が厳密な意味合いでの蒸発可能面積となるのであるが、この実施例 1 の場合には、図 1 から明らかなように、蒸発源に直接接触していない全面積が蒸発可能面積に相当することになる。ここで、仮に加熱容器が内径 1 0 0 mm の円筒形発熱体であり、その内部に保持される蒸発物質を伝導熱によって蒸発させるものとした場合には、その表面積が  $7 8 5 0 \text{ mm}^2$  である。一方、この実施例 1 での蒸発物質（粉粒状の蒸発材料 S i O）のように円柱状の成形体 2 2 に成形させた場合、同一表面積を得るのには、仮に高さを 1 0 0 mm とすれば、その直径は僅かに 5 mm 程度にしか過ぎなくなる。この計算例は、前記図 1 の形態を採ることで、前記再付着を考慮しても容易に蒸発可能面積が増加することを意味しており、これを言い換えると、蒸発量自体を増加させ得るのである。すなわち、以上の構成によって、先に指摘した密封型蒸発源における前記 (1) 項と (2) 項と

の各問題点がそれぞれに解消されることになる。

#### 【0077】

しかし、前記図1の態様のままで蒸発を継続すると、時間経過に合わせて成形体22のそれ自体の形態が、その蒸発量対応に細くかつ低くなって表面積も小さくなり、必然的に時間当りの蒸発量が低下することになるため、新しい成形体22、ひいては新たな蒸発材料SiOに交換して蒸着操作を継続しなければならない。この点の改善仕様については、以下に述べる実施例2～4の各説明に譲る。

#### 【0078】

ちなみに、上記実施例1における各構成部分の実質的な寸法例などを参考のため具体的に挙げてみると、次の通りである。すなわち、前記加熱容器11の各加熱円筒12a, 12bの有効内径を25mm、その高さを300mmに設定し、かつ前記噴射開口14の直径を1mm、同側面距離も1mmに設定した上で、前記円柱状の成形体22の外径を12mm、その高さを250mmにしたところ、該成形体22の周囲には環状幅13mmの前記蒸気化空間21が介在されることになった。この態様では、加熱円筒12a, 12b内の表面温度を1400℃に制御し、その放射熱で成形体22を加熱させることにより、最大蒸着レート30Å/秒の結果を得ることができた。

#### 【0079】

また、この場合、前記発生した蒸気は、蒸気化空間21の内部で熱擾乱運動を生起した上で、所要圧力を得て前記ノズル状の噴射開口14から、前記加熱容器11における外部の蒸着室内に配置された図示しない蒸着対象基板（噴射開口14との距離は600mm）面に向け噴射して、該基板面上にあって中心部になるに従い膜厚が急峻に厚くなる円形状の所要蒸着膜が得られた。一方、前記各加熱円筒12a, 12bの内表面からの放射熱により、表面部側から次第に気化されてゆく成形体22は、蒸気化空間21内に維持されたままで、他の蒸発温度に達した面には接触していないことから安定しており、この結果、材料飛散は全く発生しなかった。なお、図示しない膜厚計センサの配置位置は、噴射開口14の直上以外の部分である。

#### 【0080】

ここで、この実施例1における密封型蒸発源10では、前記蒸発材料SiOからなる成形体22を前記加熱容器11によって水平基準で周囲360°方向から加熱しており、加熱方法としては理想的な形態であるものと言える。そして、前記噴射開口（噴射ノズル）14については、この場合、1箇所（1個）のみであるが、複数箇所にしてもよい。何れにしても、このような加熱方法にあっては、たとえ、ノズル開口が複数で、かつその開口面積が広くなっても十分な噴射量を得られるのである。また、図示してはいないが、前記成形体22についても、蒸発材料SiOが伝導熱によって蒸発しさえしなければ、その形状の態様や個数を問わない。すなわち、この場合、噴射開口14の開口形状、その開口面積、開口数などは敢て特定できない。これらは加熱容器11内の蒸気量や圧力との相対関係で決められるが、該加熱容器11内の圧力が必要とされる蒸気の再付着を促す限り任意である。さらに、保持部15に対して蒸発材料SiOの粉粒体を堆積させるようにしてもよい。なお、蒸発材料自体が昇華性でない場合には、その液化により、成形形態を維持できないために、加熱容器11に接触して伝導熱を受けることがある。

#### 【0081】

また、前記噴射開口（噴射ノズル）14の開口位置については、この場合、あらためては特定しないが、図1では該開口を形成した領域が、先に述べた受動的な発熱領域Bに対応する。このため、その温度が蒸発温度未満になることがある。この場合、蒸気は固体化して噴射開口14を閉塞することになるから、開口状態を維持できる温度でなければならない。

#### 【0082】

そして、この実施例1の場合には、前記加熱容器11を垂直状態に維持して用いるが、成形した蒸発材料SiOの保持態様に工夫（例えば、両端で支えるようにする等）を凝らすことで、水平状態ないしは傾斜状態に維持して用いるのも可能であることを念のために付



記しておく。

#### 【0083】

続いて、上記図1と図2に示す前記実施例1の変形例につき、図3と図4を参照して説明する。この変形例は、該実施例1が蒸発材料SiOの成形体22を用いるのとは異なって、該蒸発材料SiOを粉粒状態のままの粉粒体23として用いるもので、ここでも該粉粒体23の補充を手作業で行なう形式のものである。

#### 【0084】

すなわち、これらの図3、図4の各構成において、この実施例1の変形例による真空蒸着用蒸密封型発源装置30は、全体的に平面長方形をなしてつぼを形成する加熱容器31を有し、該加熱容器31は、粉粒状の蒸発材料SiO（粉粒体23）を受入れる角筒体及びその下端面を着脱自在に閉塞する閉塞板からなる保持筐体32と、この保持筐体32の上端面を着脱自在に閉塞する加熱板33とで構成されており、該保持筐体筒32の内部に蒸気化空間41が形成されている。而して、前記加熱板33には、左右1組からなる上部左電極33aと上部右電極33bとが設けられていて能動的発熱領域Aを形成すると共に、該加熱板33の中心部にあって発生蒸気の噴射のための噴射開口（図ではノズル）34を開口させてある。

#### 【0085】

そして、前記保持筐体32の下端面は、固定基台（固定用の基盤）36上に固定支持させて前記粉粒体23の保持部を形成し、かつ該固定基台36には、冷却配管37を施して保持筐体32の下端部を外側から冷却させることにより、これらの保持筐体32と固定基台36との各該当部分を蒸発不能領域Cに維持させるようにし、かつ固定基台36自体の周辺部を高熱から保護するもので、この結果、前記保持筐体32の内面が受動的発熱領域Bとなる。また、ここでも図示省略したが、前記実施例1の場合と同様に、前記加熱板33の各電極33a、33bに取り付けて用いる給電部については、前記保持筐体筒32の内部への粉粒体23の補充等を迅速かつ簡単に行ない得るようにするために、その取り付け構造を可及的に簡略化してある。

#### 【0086】

従って、上記変形例構成では、前記各電極33a、33bからそれぞれの各給電部を取り外した上で、前記加熱板33を一旦開披させ、前記保持筐体32の内部に粉粒体23を平らに均しながら盛って補充する。この粉粒体23の盛り高さ（厚さ）については、図3から明らかなように、伝導熱による蒸気化不能領域Cの上限ともなるところの、固定基台36の上縁周囲高さ位置に合わせる。その後、前記加熱板33を元の閉塞状態に戻してから、各電極33a、33bに対応する各給電部を取り付けて通電し、該加熱板33を抵抗加熱させた。この変形例においても、該粉粒体23の補充作業は10分以内で終了することが確かめられた。

#### 【0087】

ここでも、上記実施例1の変形例における各構成部分の実質的な寸法例などを参考のため具体的に挙げてみる。すなわち、前記固定基台36の内表面（保持筐体32の底面）、つまり、粉粒体23の保持部内寸は100mm×90mmであり、ここに粉粒体23を3mmの厚さに敷き込んで保持させた。この場合、前記噴射開口34の直径は1mm、同側面距離も1mmであり、また、前記蒸気化空間41となる前記加熱板33の内面と収容して敷き込んだ粉粒体23の上面との距離（間隔）は12mmである。そして、この態様のまま、加熱板33の表面温度を1400℃に制御し、その放射熱で粉粒体23を加熱させることにより、実施例1の場合と同様に、最大蒸着レート30Å/秒の結果を得ることができた。

#### 【0088】

この場合にも、前記発生した蒸気は、蒸気化空間41の内部で熱擾乱運動を生起した上で、所要圧力を得て前記ノズル状の噴射開口34から、図示しない蒸着対象基板（噴射開口34との距離は600mm）面に向け噴射されて、該基板面上にあって、中心部になるに従い膜厚が急峻に厚くなる円形状の所要蒸着膜が得られた。一方、前記粉粒体23は、

蒸気化空間 4 1 内に収容保持されていて、他の蒸発温度に達した面には接触していないので安定しており、この結果、材料飛散は全く発生しなかった。なお、この場合、図示しない膜厚計センサの配置位置は、噴射開口 3 4 の直上以外の部分である。

#### 【実施例 2】

##### 【0 0 8 9】

この実施例 2 は、上記請求項 3 による真空蒸着方法と、これに対応するところの、上記請求項 1 1 による真空蒸着用密封型蒸発源装置に基づくものの場合である。この実施例態様は、実用化の一例として、例えば、合成樹脂フィルム（ポリエステルフィルム等）上に  $\text{SiO}$  を噴射させながら酸素を供給して  $\text{SiO}_2$  膜を蒸着形成することで、気体遮断性フィルムを連続的に長尺製造する場合などに適用できる。

##### 【0 0 9 0】

すなわち、図 5 は、この発明の実施例 2 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図、図 6 は、同上図 5 による密封型蒸発源装置の動作がある時間経過したときの態様を概念的に示す縦断側面図であり、図 7 は、図 6 における 7-7 線部の概略的横断面図である。

##### 【0 0 9 1】

これらの図 5 ないし図 7 の各構成において、この実施例 2 による真空蒸着用密封型蒸発源装置 5 0 は、るつぼを形成するところの、図示位置 h 部分から上部側へ向けて次第に縮径されてテーパ状をなす上部加熱円筒 5 2 a と、該上部加熱円筒 5 2 a の下端部に分割可能に組み合わされてストレート状をなす下部加熱円筒 5 2 b とからなる加熱容器 5 1 を有しており、各加熱円筒 5 2 a, 5 2 b の内部にあつては、蒸気化空間 6 1 が形成されている。

##### 【0 0 9 2】

また、前記上部加熱円筒 5 2 a の上端面部分と下部加熱円筒 5 2 b の下端部部分とのそれぞれには、フランジ状をなす抵抗加熱通電用の上部電極 5 3 a と下部電極 5 3 b とが設けられている。すなわち、この場合には、上部加熱円筒 5 2 a をテーパ状にすることで上方になるに従い電気抵抗が増え、かつ温度もまた増加するようになっている。そして、各電極 5 3 a, 5 3 b によって通電される区間の各加熱円筒 5 2 a, 5 2 b が能動的発熱領域 A に該当し、かつその他の各領域部分が受動的発熱領域 B に相当していて、各加熱円筒 5 2 a, 5 2 b からの熱を得て温度上昇される。

##### 【0 0 9 3】

前記上部加熱円筒 5 2 a での上端側閉塞部の中心部分には、発生蒸気の噴射のための噴射開口（図ではノズル）5 4 を開口させてあり、かつ前記下部加熱円筒 5 2 b での内底部の中心部分、すなわち、該下部加熱円筒 5 2 b における下端面部の中心部分には蒸発材料の供給口が設けられており、該供給口に接して該蒸発材料、例えば  $\text{SiO}$  を供給して成長体 6 2 を形成かつ保持させるための蒸発材料供給管 5 8 と、該供給管 5 8 内に可回転的に配される給送スクリー 5 9 とが設けられている。一方、この下部加熱円筒 1 2 b の下端部側は、上記実施例 1 の場合とほぼ同様に、固定台 5 6 上に固定支持させると共に、該固定台 5 6 に冷却配管 5 7 を施して円筒下端部を外側から強制冷却させることで、加熱円筒 1 2 の該当部分を含む蒸発材料供給管 5 8 と給送スクリー 5 9 との該当部分を蒸発不能領域 C として維持させるようにする。

##### 【0 0 9 4】

この実施例 2 による構成の場合、前記加熱容器 5 1 は、粉粒状の蒸発材料  $\text{SiO}$  が蒸気化空間 6 1 内に存在しない状態で蒸気化可能温度まで加熱される。図 5 においては、粉粒状の蒸発材料  $\text{SiO}$  が蒸気化空間 6 1 側に幾分か盛り上がった態様で表示してあるが、ここでの盛り上がりの存在は必ずしも加熱開始時の必要条件ではなく、その動作は図 5 の状態から図 6 の状態に移ってなされる。

##### 【0 0 9 5】

すなわち、前記加熱されている加熱容器 5 1 が蒸気化温度に達すると、前記給送スクリー 5 9 が回転駆動を開始し、上記実施例 1 での保持部 1 5 にも該当するところの、蒸発



材料供給管 5 8 を通して、蒸気化可能領域へ次第に押し上げてゆき、図 5 の状態になることで、盛り上がった蒸発材料 S i O の上端部分が加熱で昇圧されている蒸気化空間 6 1 に臨ませられると共に、加熱容器 5 1 の内面、ひいては能動的発熱領域 A からの放射熱により、該蒸発材料 S i O が蒸気化され始めるもので、このようにして発生する蒸気は、上記実施例 1 でも述べたように、その発生蒸気の一部が蒸気化空間 6 1 内の高い圧力で噴射開口 5 4 から噴射され、かつ残りの部分は押し上げられてくる蒸発材料 S i O の表面に再付着して固相化され、この動作が続行されるのである。

#### 【 0 0 9 6 】

ここで、前記蒸発材料 S i O の表面への蒸気の再付着現象は、密封型蒸発源に特有のものであって、開放型蒸発源では全くあり得ないか、もしくはたとえあったとしても極めて僅かにしか過ぎない。この蒸気の再付着は、結果的に押し上げられてくる蒸発材料 S i O の表面にあって、ある硬さ（強さ）のある外被膜が生成されることを意味するもので、該生成される外被膜の存在によって押し上げ続けられる蒸発材料 S i O の粉粒体が全く崩れたりせずに、しかも、この再付着が直ちにかつ継続してなされることになるから、図 5 に破線で、かつ図 6 に実線でそれぞれ示すように柱状に成長し続け、所期通りの成長体 6 2 になるのである。

#### 【 0 0 9 7 】

一方、前記粉粒状の蒸発材料 S i O を前記蒸発材料供給管 5 8 を通して給送スクリーン 5 9 で円滑に押し上げ給送するためには、この押し上げる給送力を直接受けることになる粉粒体が自由に運動できる状態でなければならないから、蒸発材料供給管 5 8 に伝えられる伝導熱の温度は、通過する蒸発材料 S i O を蒸発させる温度以下に抑制しなければならない。

#### 【 0 0 9 8 】

すなわち、この給送過程で該蒸発材料 S i O が伝導熱のために蒸発するようなことがあれば、瞬間的に該給送部分の近傍に付着して該蒸発材料 S i O 自体の自由な動きを妨げるからであり、これを防止するためにも蒸発不能領域 C の存在が必要となる。

#### 【 0 0 9 9 】

そして、この給送過程での蒸発材料 S i O の給送速度についても、その成長体 6 2 の性状でもたらされる形状に大きく関係する。つまり、ここでは給送速度が速過ぎること、言い換えると単位時間当りの蒸発材料 S i O の給送量が大きければ、該給送される蒸発材料 S i O 自体が蒸発不能領域 C の熱を奪うことになるからである。

#### 【 0 1 0 0 】

また、この蒸発材料 S i O の給送過程では、柱状成長が継続される間は表面積が次第に増加することになるから、その蒸発量もまた増加してゆき、成長体 6 2 がある高さに達すると、その上昇量、つまり、蒸発材料 S i O の給送量が該蒸発量と均衡するため、該成長体 6 2 が所要高さのほぼ円錐形状に形成されて所定の形態を維持し、ほぼ一定の蒸発量を継続することになる。この形態では、あらためて述べるまでもなく、材料飛散が発生する惧れはあり得ない、そして、ここでの再付着による柱状成長の生成原理と、蒸気噴射量と粉粒体（蒸発材料 S i O）の給送量との均衡原理とを効果的に活用した技術手段により、密封型蒸発源による長時間で安定した所要の真空蒸着が可能になるのである。

#### 【 0 1 0 1 】

すなわち、これらの各原理は、先に密封型蒸発源における問題点として挙げた前記 (2) 項の再付着について、これを短所から長所に活用したことに該当する。しかも、この再付着によって成長体 6 2 での単位面積当りの蒸発量がたとえ減少することがあっても、蒸発材料 S i O を柱状に成長させることで、蒸発面相当の表面積を大きくできて、その減少相当分を十分以上に補い得るのである。さらに加えて材料飛散を考慮する必要がないので、その加熱温度をも高めることができて、結果的には、開放型蒸発源を超える蒸発量を得られるのである。

#### 【 0 1 0 2 】

この実施例 2 による密封型蒸発源の各部構成でのおおよその仕様としては、前記上部加

熱円筒 5 2 a の下端部内径と下部加熱円筒 5 2 b の内径とを 2 5 mm、かつ該上部加熱円筒 5 2 a の噴射開口 5 4 付近の内径を 2 0 mm にそれぞれ設定し、かつこれらを組み上げた加熱容器 5 1 の高さを 3 5 0 mm とした。また、前記蒸発材料供給管 5 8 と給送スクリー 5 9 との各材料としてはモリブデンを用い、この蒸発材料供給管 5 8 の内径を 1 1 mm、給送スクリー 5 9 の山部の外径を 1 0 . 5 mm にそれぞれ設定した。さらに、前記噴射開口 5 4 のノズル径を 1 mm、その側面距離も 1 mm にした上で、その周辺温度を 1 4 0 0 °C、蒸発不能領域 C の温度を 1 2 0 0 °C に制御できるようにした。この状態で蒸着操作したところ、蒸発材料 S i O の供給開始後の 2 0 分間は蒸気噴射量が増加したが、その後、一定の蒸発量となった。このときの蒸着レートは 3 0 Å / 秒であった。

#### 【実施例 3】

##### 【0 1 0 3】

この実施例 3 は、上記実施例 2 の別例に該当しており、加熱容器の形態を変更したものである。

##### 【0 1 0 4】

すなわち、図 8 は、この発明の実施例 3 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図であり、図 9 は、同上密封型蒸発源装置の変形例を概念的に示す縦断側面図である。

##### 【0 1 0 5】

先ず、図 8 に示す実施例 3 による密封型蒸発源装置 7 0 では、加熱容器 7 1 の筒部形状を上記実施例 2 のテーパ状からストレート状に変更すると共に、該加熱容器 7 1 を上下に分割可能な上部加熱円筒 7 2 a と下部加熱円筒 7 2 b とで構成させたもので、その他の各構成部分は実施例 2 の場合と全く同様であり、この場合には、該図 8 の図示表示、それに続いて述べる図 9 の図示表示においてもそれぞれに同一符号を付けてある。

##### 【0 1 0 6】

ちなみに、この実施例 3 における密封型蒸発源の各部寸法は、基本的に上記実施例 2 の場合とほぼ同様であり、その相違点は、加熱容器 7 1 を構成する上部加熱円筒 7 2 a と下部加熱円筒 7 2 b との内径が 2 5 mm のストレート形状であることのみであって、その蒸着条件と蒸着結果についてもまた実施例 2 の場合と概ね同様である。

##### 【0 1 0 7】

続いて、このように前記加熱容器 7 1 の筒部形状を変更した意義について述べる。上記実施例 2 におけるテーパ状の加熱容器 5 1 では、上部加熱円筒 5 2 a の筒部形状を上部になるに従い徐々にテーパ状に形成させ、これによってその電気抵抗値が次第に増加するようにしている。これは該上部加熱円筒 5 2 a での該当部分の伝導熱による蒸気化不能領域 C の温度を低く保ち、その噴射開口 5 4 の付近における蒸気量を効果的に増加させ得るという意味合いで理に適っている。しかし、実際には加熱容器 5 1 の温度が全域に亘って均等ではあっても、柱状の成長体 6 2 は噴射開口 5 4 に近い位置を頂点にしたほぼ円錐状に成長されるために、蒸気化空間 6 1 内で蒸気が熱擾乱運動状態にあるとき、該噴射開口 5 4 の付近での蒸気ほど噴射され易くなるからである。

##### 【0 1 0 8】

図 8 の実施例 3 では、密封型蒸発源装置 7 0 がストレート状の加熱容器 7 1 を有しており、かつ該加熱容器 7 1 が上部加熱円筒 7 2 a と下部加熱円筒 7 2 b とに分割できるようになっている。これは主に加工上の必要性和操作の便宜性のためであって、それぞれの筒厚は一定である。この場合、加熱容器 7 1 の温度は、少なくとも噴射開口 7 4 に近い部分で蒸発温度に達していなければならないのであるが、上下の各電極間に該当する能動的発熱領域 A では、その電気抵抗値が等しいから、例えば、上方部分が 1 4 0 0 °C であるならば下方部分でも同様に 1 4 0 0 °C になる。そして、この状態では、蒸発材料 S i O の成長体に対して高温の放射熱が与えられるため、蒸発量が増大し、かつこれに比例して噴射開口 7 4 からの蒸気噴射量もまた増大することになり、その分だけ蒸発材料 S i O の供給量を増加させることができる。

##### 【0 1 0 9】



しかし、一方では、本来的に比較的低い温度に維持していなければならない伝導熱による蒸気化不能領域 C の温度が高くなり、これが蒸発温度に達する場合もあるので、これを強制冷却によって低くする必要がある。このためには、通常の場合、冷却配管に通流させる冷却水の温度を下げたり、あるいはその流量を増加させたりして対処しており、これによって蒸気化不能領域 C の温度が過度に上昇するのを抑制するのである。

#### 【0 1 1 0】

また、図 9 による実施例 3 の変形例では、密封型蒸発源装置 8 0 の加熱容器 8 1 を構成する分割可能な上部加熱円筒 8 2 a と下部加熱円筒 8 2 b とのうちで、上部加熱円筒 8 2 a の筒厚を下部加熱円筒 8 2 b の筒厚よりも薄くしたものである。従って、この場合にあっては、筒厚の厚い下部加熱円筒 8 2 b の電気抵抗値が筒厚の薄い上部加熱円筒 8 2 a よりも小さいために、該下部加熱円筒 8 2 b における能動的発熱領域 A についても上部加熱円筒 8 2 a よりも低くなる。

#### 【0 1 1 1】

すなわち、この図 9 のように構成させることで、噴射開口 5 4 に近い上方部分が高温になっても、下方部分では伝導熱による蒸発にまでは到らない低い温度に維持し得るのである。しかし、放射熱は蒸気化空間の全域にまで及ぶから、蒸発効率にはそれほど大きな差は生じないことになる。

#### 【0 1 1 2】

そして、該装置構成の設計・製作上の面では、筒部をテーパ状にするよりもストレート状にする方が容易であり、また、温度制御の点では、図 8 の構成のようにする方が理に適っていて好ましい。筒体の温度が蒸発の続行で奪われて低くなる点については既に述べたが、必要な領域の温度を予め高くする構成（例えば、加熱容器を図 5 や図 9 の形状に形成）することを採用するのが一つの解決手段であり、装置全体の高さをやや高目に構成（例えば、図 8 の形状に形成）することも他の一つの解決手段である。

#### 【実施例 4】

##### 【0 1 1 3】

この実施例 4 は、上記請求項 5 による真空蒸着方法と、これに対応するところの、上記請求項 1 2 による真空蒸着用密封型蒸発源装置に基づくものである。

##### 【0 1 1 4】

すなわち、図 1 0 は、この発明の実施例 4 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図である。この実施例 4 は、蒸発材料の交換による供給、ここでは上記実施例 1 におけるところの、蒸発材料 S i O からなる成形体 2 2 の交換による供給を簡単な断続動作で行なう場合の例であり、該実施例 1 での図示表示と同一部分には同一符号を付けることで、関連部分を除き、それぞれの説明を簡略化している。

##### 【0 1 1 5】

また、この実施例 4 における加熱容器の寸法、蒸発条件等は、基本的に上記実施例 1 の場合とほぼ同様である。従って、その蒸着結果についてもほぼ同様である。

##### 【0 1 1 6】

この図 1 0 に示す実施例 4 の構成において、真空蒸着用密封型蒸発源装置 9 0 は、上記実施例 1 の成形体 2 2 とその保持部 1 5 に該当するところの、蒸発材料 S i O の成形体 9 1 と、該成形体 9 1 の基端部を各別に保持する 2 個 1 組からなる保持部材 9 2 a, 9 2 b とを装置構成から切り離して設けたものであり、該各保持部材 9 2 a, 9 2 b の下面部には、交換操作のための操作杆 9 3 a, 9 3 b がそれぞれに設けられている。また、この実施例 4 の場合、蒸発材料 S i O は、予め所要形態に成形して準備された成形体 9 1 としてのみ限定的に利用するものとし、粉粒体のままを単独では利用しない。一方、この実施例 4 にあっても、加熱容器（実施例 1 での加熱容器 1 1 に対応）については、上下に 2 分割可能（実施例 1 での上部加熱円筒 1 2 a と下部加熱円筒 1 2 b に対応）になってはいるのであるが、これは該実施例 1 でのように蒸発材料 S i O を補充供給するためではなく、単に加工上の必要性からである。

##### 【0 1 1 7】

続いて、この実施例 4 における操作について具体的に述べる。前記個々の各保持部材 9 2 a, 9 2 b に対しては、成形済みの各成形体 9 1 をそれぞれに保持させることで準備しておく。ここで、蒸着作業開始の段取りに際しては、2 個にうちの一方の保持部材、例えば、前記保持部材 9 2 a を用い、図 1 0 に見られる通りに、装置本体の下部装着穴 9 4 から成形体 9 1 の部分が加熱筒体内で保持されるようにしてセットする。なお、この装着を確実にすのには、各保持部材 9 2 a, 9 2 b の外周面に幾分かのテーパ面を形成しておき、かつこの部分を下部装着穴 9 4 の内周テーパ面に摺接させることで可及的緊密な装着が可能になる。加えて、この装着状態で各操作杆 9 3 a, 9 3 b を構造物などに仮固定するときは、該成形体 9 1 をそれぞれに保持する保持部材 9 2 a, 9 2 b の脱落を防止できるのであり、併せて、伝導熱の分散をより一層促進し得るのである。

#### 【0 1 1 8】

また、前記のように成形体 9 1 をセットした上での蒸着操作としては、実施例 1 の場合と同様に、蒸着対象基板の装着、装着室内の排気などをなした後、所期通りの加熱蒸着を継続的に実行するのである。

#### 【0 1 1 9】

而して、使用を終了した保持部材 9 2 a を新しい保持部材 9 2 b に交換するのには、図 1 0 において詳細に解説表示したように簡単に行なうことができるもので、この場合の交換作業は 2 分程度でなし得た。なお、この交換操作は手作業でも十分であるが、必要に応じて、例えば、成形体を保持する保持部材の個数を増し、かつ該保持部材を水平位置で間欠回転するコンベアによって加熱容器の下方装着位置へ搬送した上で、垂直方向に上下作動させることにより、自動的に交換させることも可能である。

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0 1 2 0】

上記各実施例 1 ないし 4 に示す各密封型蒸発源では、実施例 1 における図 3、図 4 の場合を除き、円筒形状の加熱容器を採用しているのであるが、これは先にも述べたように、水平断面を円形状にすることにより、その全周囲 3 6 0 ° 方向からの放射熱を均等に放散し得るようにするためである。従って、該放射熱を受けて加熱かつ蒸発される蒸発材料の成形体や成長体の水平断面についてもまた円形状であるのが最も望ましいもので、これによって、その蒸発量を比較的大きくとり得るのである。しかし、この点については、加熱容器と蒸発材料の成形体や成長体との各水平断面が他の形状であることを必ずしも排斥するものではない。また同様にして、前記蒸発材料の加熱容器内における成形体や成長体の保持位置ないしは供給位置についても、該加熱容器の水平断面中心部であるのが最適であるが、ここでも他の保持位置あるいは供給位置であることを必ずしも排斥するものではない。

#### 【0 1 2 1】

そして、上記実施例 2 の図 5、図 6 では、加熱円筒が共にテーパ形状であるものがそれぞれに示され、実施例 3 の図 8、図 9 では、加熱円筒が共にストレート形状で、かつ図 9 の場合、下部側の筒厚を厚くしたものがそれぞれに示されているが、これらの各加熱円筒相互の相違点は、蒸発材料を加熱蒸発させるための温度分布を蒸発に適するように配慮したものにはほかならない。すなわち、図 5、図 6 の場合には、そのテーパ形状により、上部側内面での加熱温度に比較して下部側内面での加熱温度が低くなるようにされ、図 8 の場合には、内面の全域に亘って加熱温度が均等化され、図 9 の場合には、筒厚の厚い側での加熱温度が低くされている。

#### 【0 1 2 2】

何れにしても、前記各加熱容器（加熱円筒）が形状的に備えなければならない基本条件は、それぞれの該当部分にあって蒸発不能領域 C を設けることであり、同時に、前記蒸発材料の蒸発を促し易くし、かつ発生した蒸気を各噴射開口に向けて流れ易くすることである。従って、前記のように円形状に構成させるときは、これらの何れの条件をも期せずして充足できるのであり、円形状以外の他の形状とする場合にも、例えば、加熱温度を蒸発材料の蒸発に足りる最低限度に抑制制御した上で、加熱エネルギーの量に余裕を持たせる



ため、必要領域での構成体積を大きくすることが好ましいと言えるのである。

#### 【0 1 2 3】

また、上記実施例 2 の構成において、蒸発材料が蒸発材料供給管の上部先端から蒸気化空間内へ押し上げられた後、これが成長体に成長される過程の詳細については既に説明した通りであるが、ここでは該当請求項の文言に関係してさらに付言しておく。すなわち、ある一定条件の下で、例えば、蒸発材料の粉粒体が圧縮を受けた場合とか、その他の自由運動を妨げる条件が存在する場合には、その影響によって該粉粒体の集合がある種の成形性を持つことになるのであるが、しかし、その範囲での成形性は極めて不安定なものであり、再現性や時間的継続性に欠ける。成長体への蒸気の再付着で表面が固相化して成長する場合にあってこそ、これらの再現性、時間的継続性の双方が充足されて、その成長が効果的に実現するのである。これを言い換えると、蒸発材料の加熱蒸発中においては、成長体表面からの蒸発、蒸気のある量の表面への再付着（再付着しない蒸気は噴射開口から噴射）、表面での蒸気の再蒸発、蒸気のある量の表面への再付着の各現象を繰り返すが、これらの各現象は、加熱容器の内部に蒸気圧力が存在すること、つまり、蒸気側から見ると熱擾乱運動が存在することと、蒸発材料の保有温度が放射熱によって原理的に顕熱化しないこととで、その成長体への成長がなされるのであり、これらの各現象に伴う成長体の成長形成は、ひとえに密封型蒸発源においてのみ可能なものである。

#### 【0 1 2 4】

一方、加熱容器を構成する各部材の範囲内で密封状態を実現しようとする考え方が、従来の場合には、先にも述べた図 1 2 や図 1 3 に示す方式であった。しかし、蒸発材料の蒸発に放射熱を用いる場合には、蒸発材料自体が加熱容器の内部で静止状態にあるため、この蒸発材料自体を密封性の維持に供することができる。すなわち、例えば、上記実施例 2 の図 5 によって説明すると、蒸発材料の粉粒相互間には必ず極めて微細な空間が存在するのであるが、これを集合させることで実用上、気体を十分に封鎖し得る。また、成長体表面への蒸気の再付着とは、とりもなおさず空間界面に位置する粉粒相互間の空間を埋めることであるから、これによってもその密封性が実現する。さらに、蒸発材料が成形体である場合には、例えば、上記実施例 4 の図 1 0 の方式で十分に密封されるが、固定用基盤が成形体と直接接触したとしても、この領域では伝導熱による蒸発が生じないので、多少の空間（遊び）のあるなしに拘らずに蒸気の再付着で該空間を封鎖できる。

#### 【0 1 2 5】

一般に、密封型蒸発源においては、その装置構成が幾つかの部品の組合せによって成り立つのであるが、これを言い換えると、各部品の組合せとは、該各部品相互の境界面での空間の存在を意味していることにほかならない。これを、例えば、上記実施例 4 の図 1 0 を参照して述べると、加熱容器の底部での固定用基盤の下部装着穴に対し、蒸発材料の成形体を保持する保持部材を摺接嵌合して着脱自在に結合させており、該図 1 0 ではこれらの両者をテーパ嵌合で密着させるが、着脱操作するのには嵌合状態が比較的緩い方、つまりこれらの両者間に多少の空間（隙間）があった方がよい。しかし、このような空間の存在は密封性の妨げにもなるが、その周辺部分が伝導熱では蒸発不能な温度に維持されるから、発生する蒸気が熱擾乱運動で直ちにこの空間に到り、ここでも再付着によって該空間を埋め尽くしてしまう。すなわち、密封性が効果的に維持されるのである。

#### 【0 1 2 6】

また、加熱容器における発熱温度は、同じ量だけ発熱のためのエネルギー（例えば、一定量の電気エネルギー）を与えたとしても、蒸発材料が柱状に高く成長するに従って低下するもので、これは該蒸発材料が加熱円筒の熱を吸収することによる。この結果、蒸発材料の蒸発量が低下し、かつ噴射量もまた低下するので、低下した相当分だけ加熱円筒の温度を補正した方がよい。この温度補正については、該加熱円筒に対して熱電対などの温度検出手段を配置し、これによって低下した温度を計測することで、該温度補正をなし得るだけのエネルギーを与えるようにすればよい。例えば、抵抗加熱方式であるならば供給電流量を増加させるのである。

#### 【0 1 2 7】

以上のように、蒸発材料を粉粒状のまま連続して供給できることで、長時間に亘る蒸着操作が可能になった。そして、このような方式においては、比較的少量の蒸発材料での蒸発表面を放射熱で加熱するのみであるから、必要とする熱エネルギー量が圧倒的に少なくて済み、結果的に省エネルギーが可能な装置構成となるのであり、このような密封型蒸発源は未だ存在していない。

【図面の簡単な説明】

【0 1 2 8】

【図 1】 この発明の実施例 1 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図である。

【図 2】 同上実施例 1 による密封型蒸発源装置を上方から見た概念的な平面図である。

【図 3】 同上実施例 1 による密封型蒸発源装置の変形例を概念的に示す縦断側面図である。

【図 4】 同上実施例 1 の変形例による密封型蒸発源装置を上方から見た概念的な平面図である。

【図 5】 この発明の実施例 2 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図である。

【図 6】 同上図 5 による密封型蒸発源装置の動作がある時間経過したときの蒸発材料の態様を概念的に示す縦断側面図である。

【図 7】 同上図 6 における 7 - 7 線部の概略的横断面図である。

【図 8】 この発明の実施例 3 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図である。

【図 9】 同上実施例 3 による密封型蒸発源装置の変形例を概念的に示す縦断側面図である。

【図 1 0】 この発明の実施例 4 を適用した真空蒸着用密封型蒸発源装置の概要構成を概念的に示す縦断側面図である。

【図 1 1】 従来例による真空蒸着用開放型蒸発源装置を示す断面説明図である。

【図 1 2】 従来例による真空蒸着用密封型蒸発源装置を示す断面説明図である。

【図 1 3】 従来例による真空蒸着用バリア付き密封型蒸発源装置を示す断面説明図である。

【符号の説明】

【0 1 2 9】

1 0, 3 0, 5 0, 7 0, 8 0, 9 0

1 1, 3 1, 5 1, 7 1, 8 1

1 2 a, 1 2 b, 5 2 a, 5 2 b

1 3 a, 1 3 b, 5 3 a, 5 3 b

1 4, 3 4, 5 4

1 5

1 6, 5 6

1 7

2 1, 4 1, 6 1

2 2

2 3

3 2

3 3

3 3 a, 3 3 b

5 8

5 9

6 2

A

密封型蒸発源装置

加熱容器

上部、下部の各加熱円筒

上部、下部の各電極

噴射開口

保持部

固定台

冷却配管

蒸気化空間

成形体

蒸発材料の粉粒体

保持筐体

加熱板

上部左右の各電極

蒸発材料供給管

給送スクリー

成長体

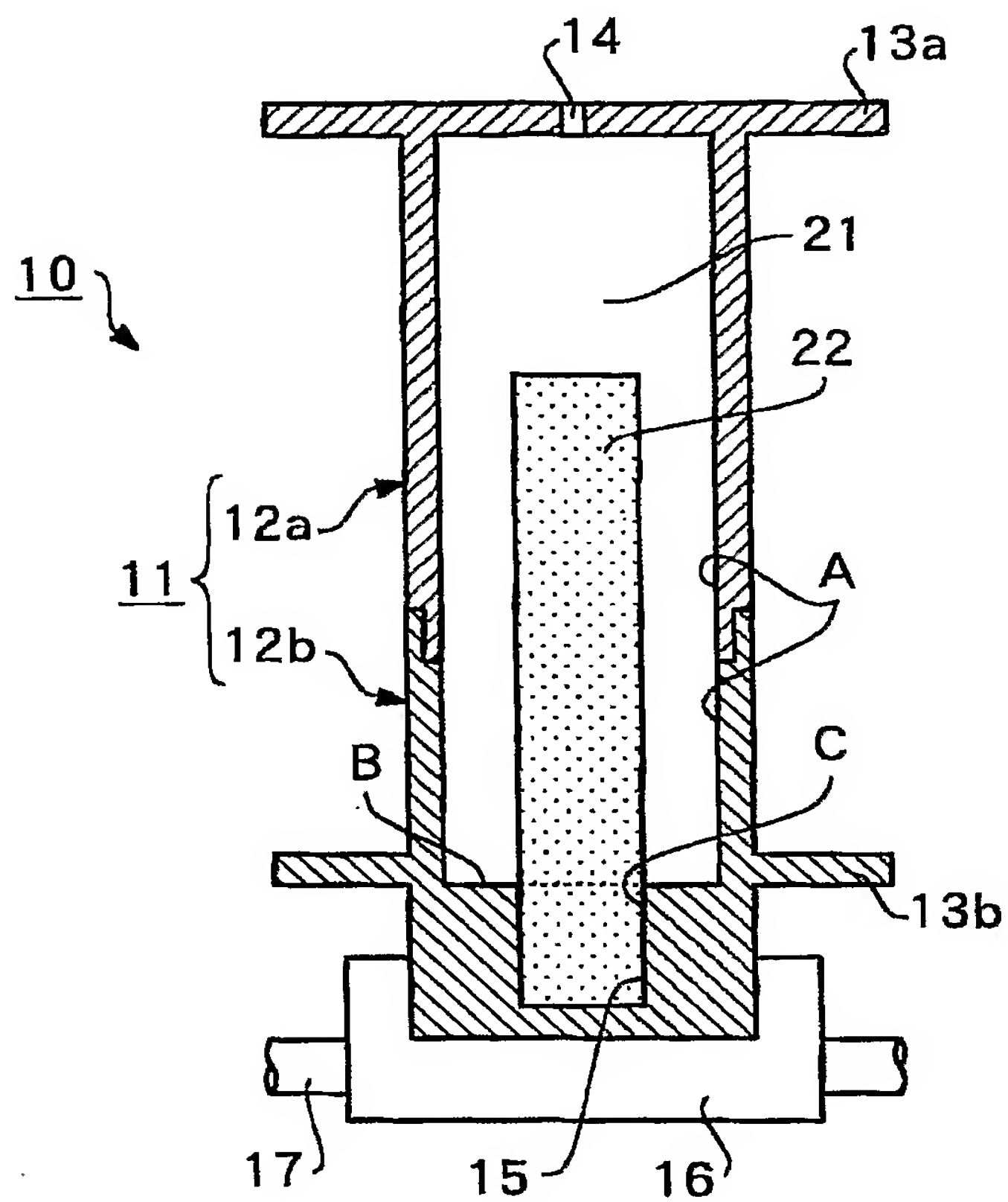
能動的発熱領域



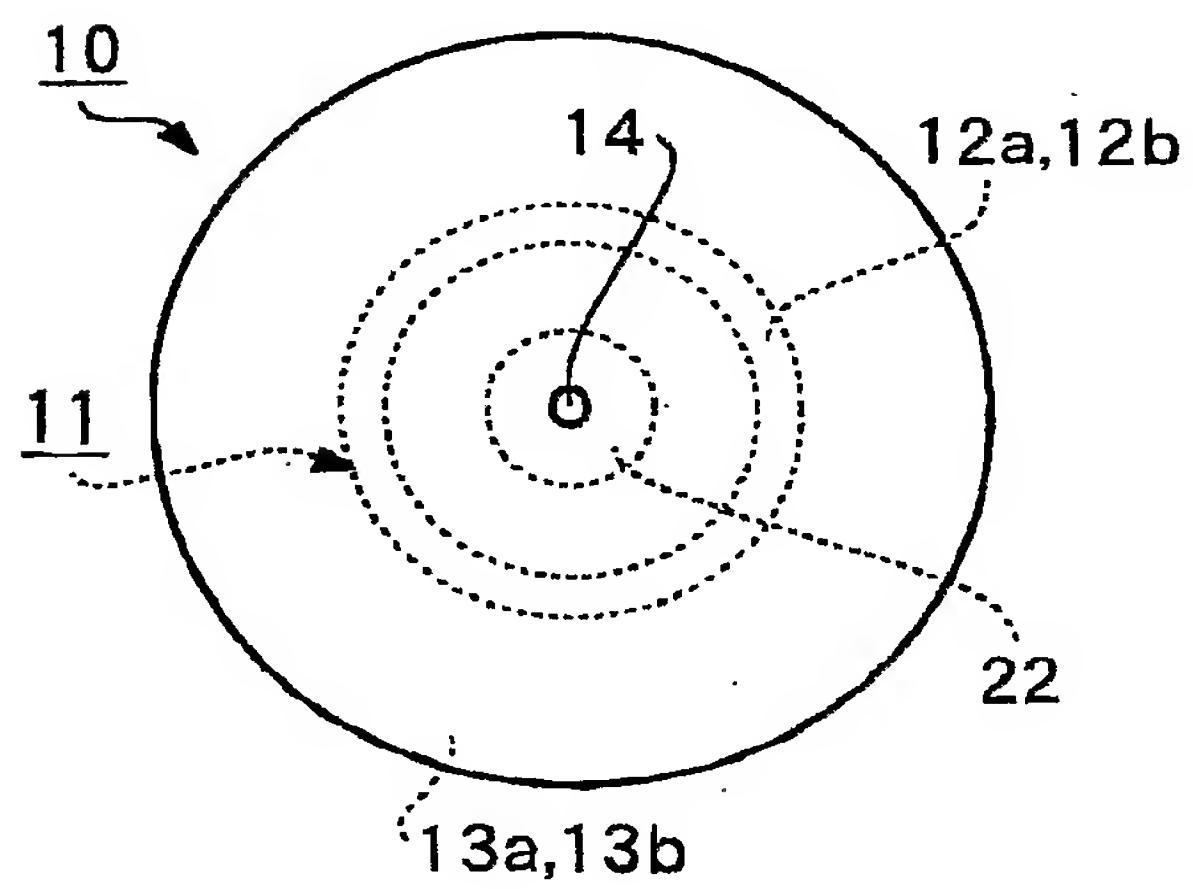
B  
C

受動的発熱領域  
蒸発不能領域

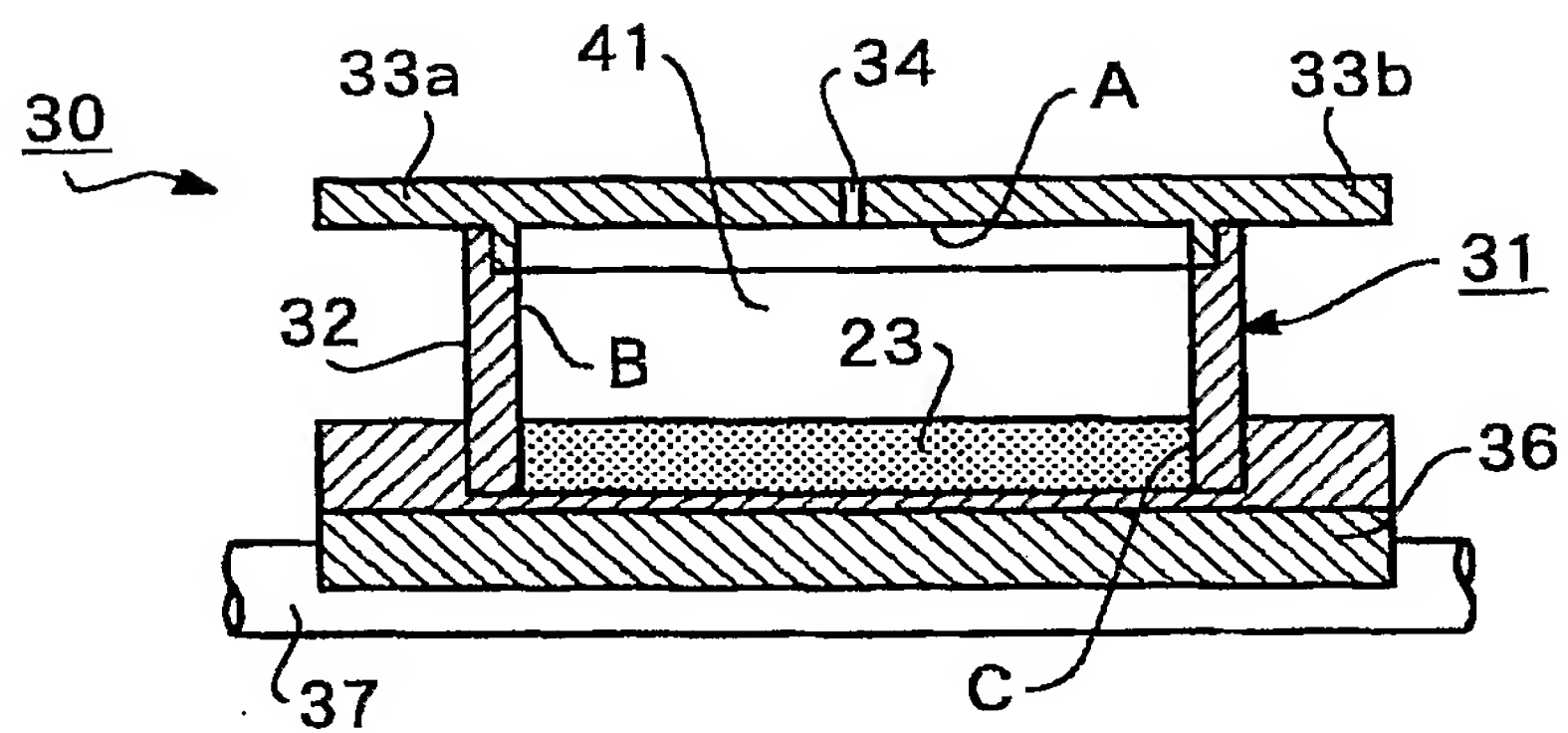
【書類名】 図面  
【図 1】



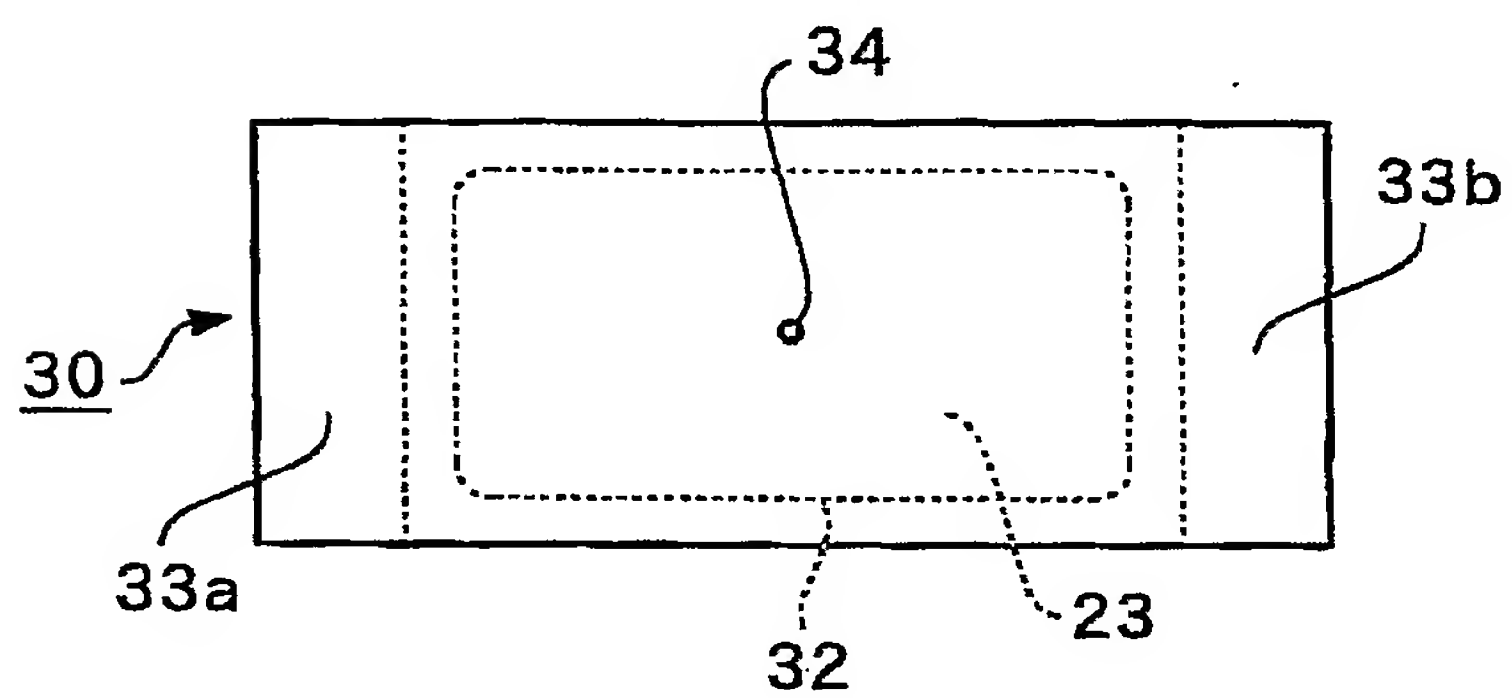
【図 2】



【図 3】

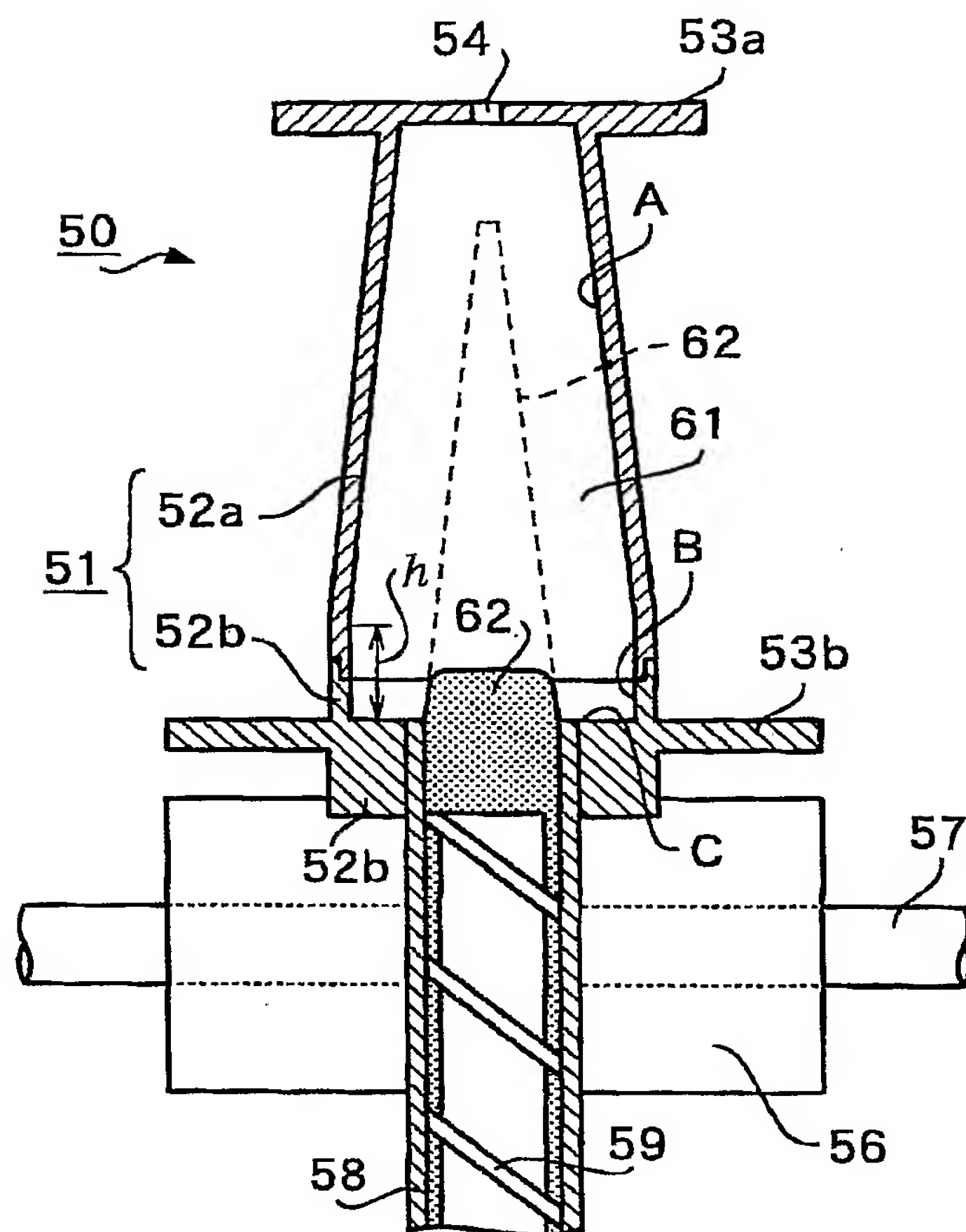


【図 4】

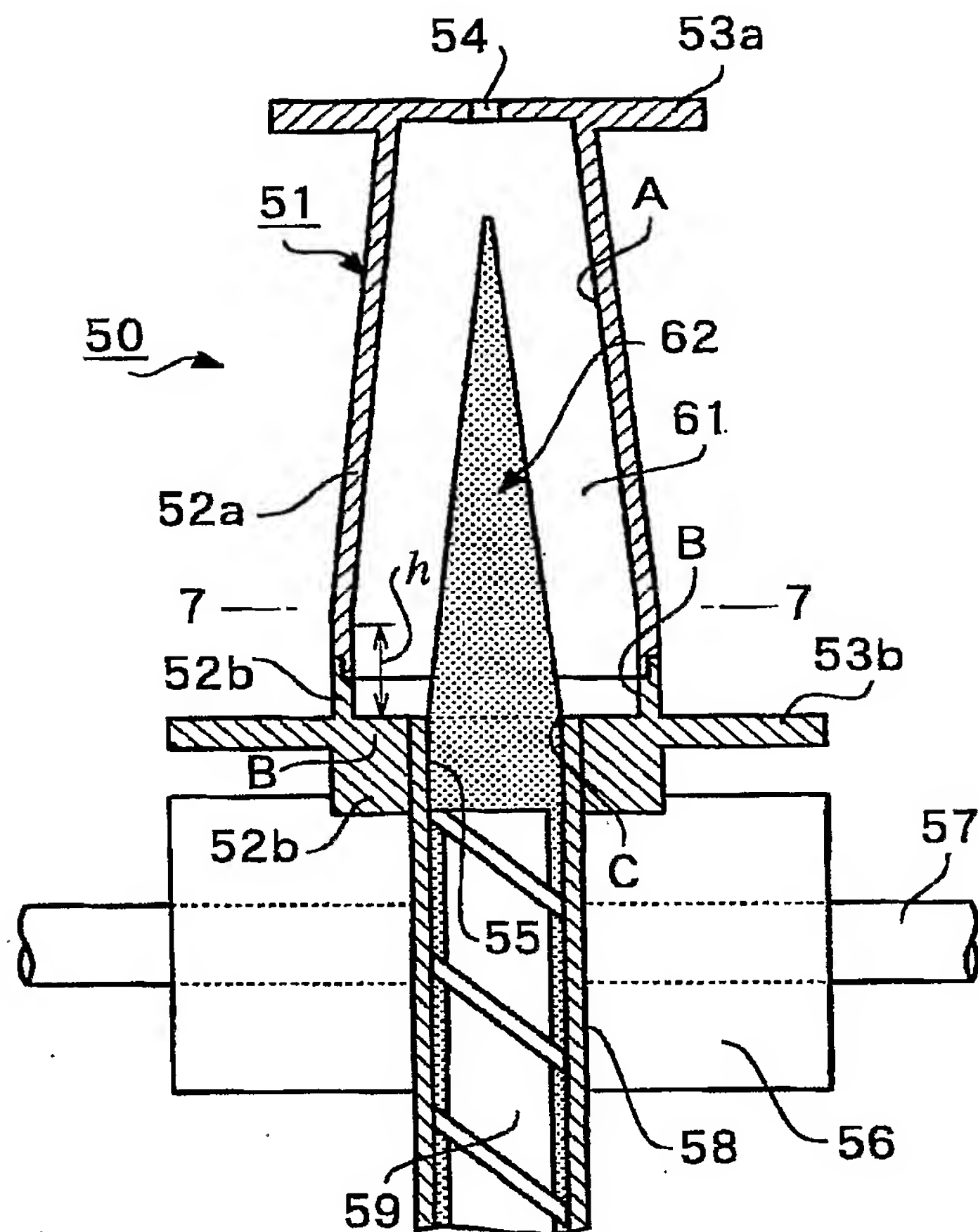




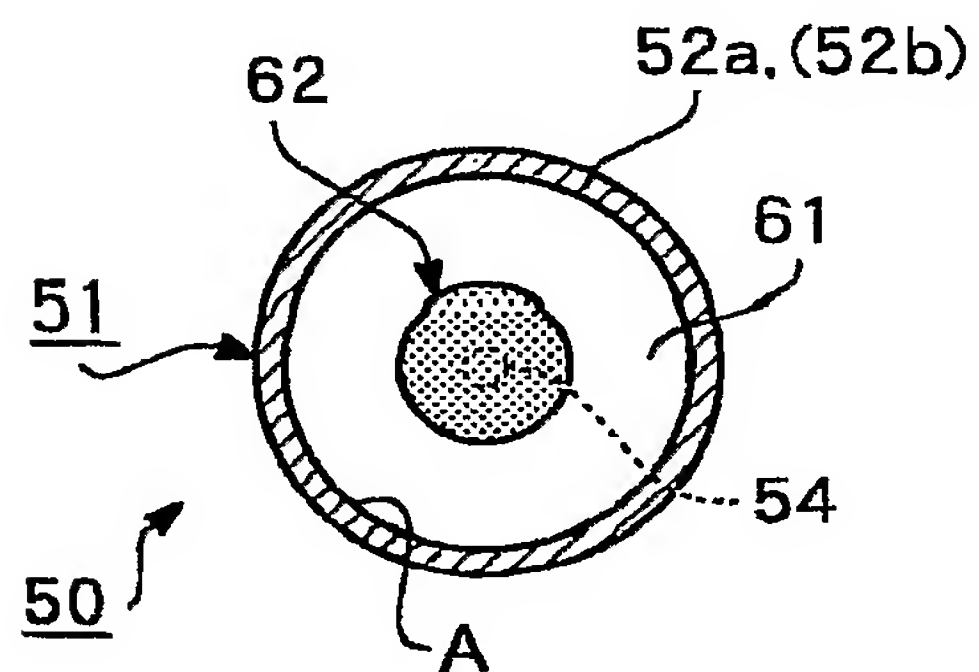
【図 5】



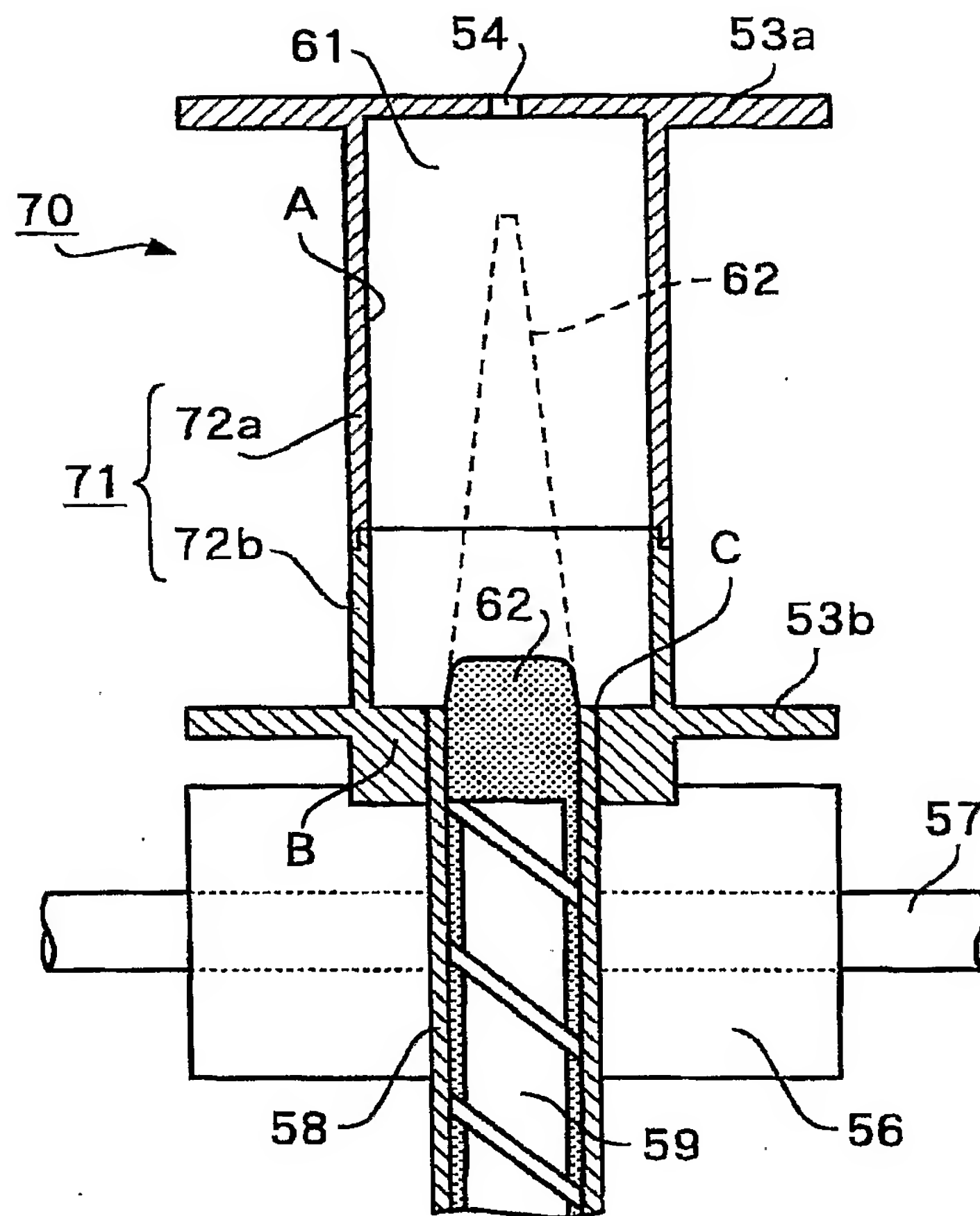
【図 6】



【図 7】

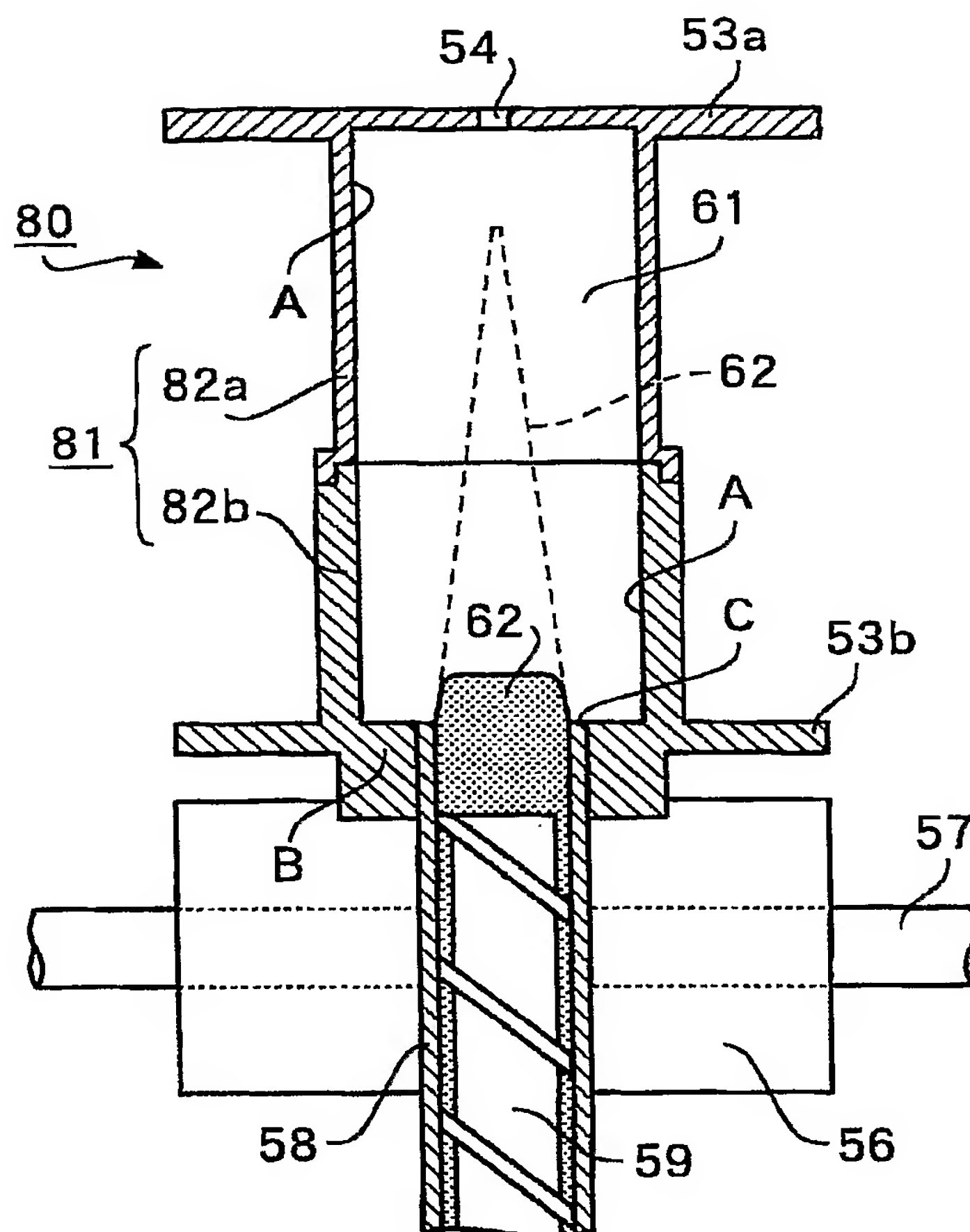


【図 8】

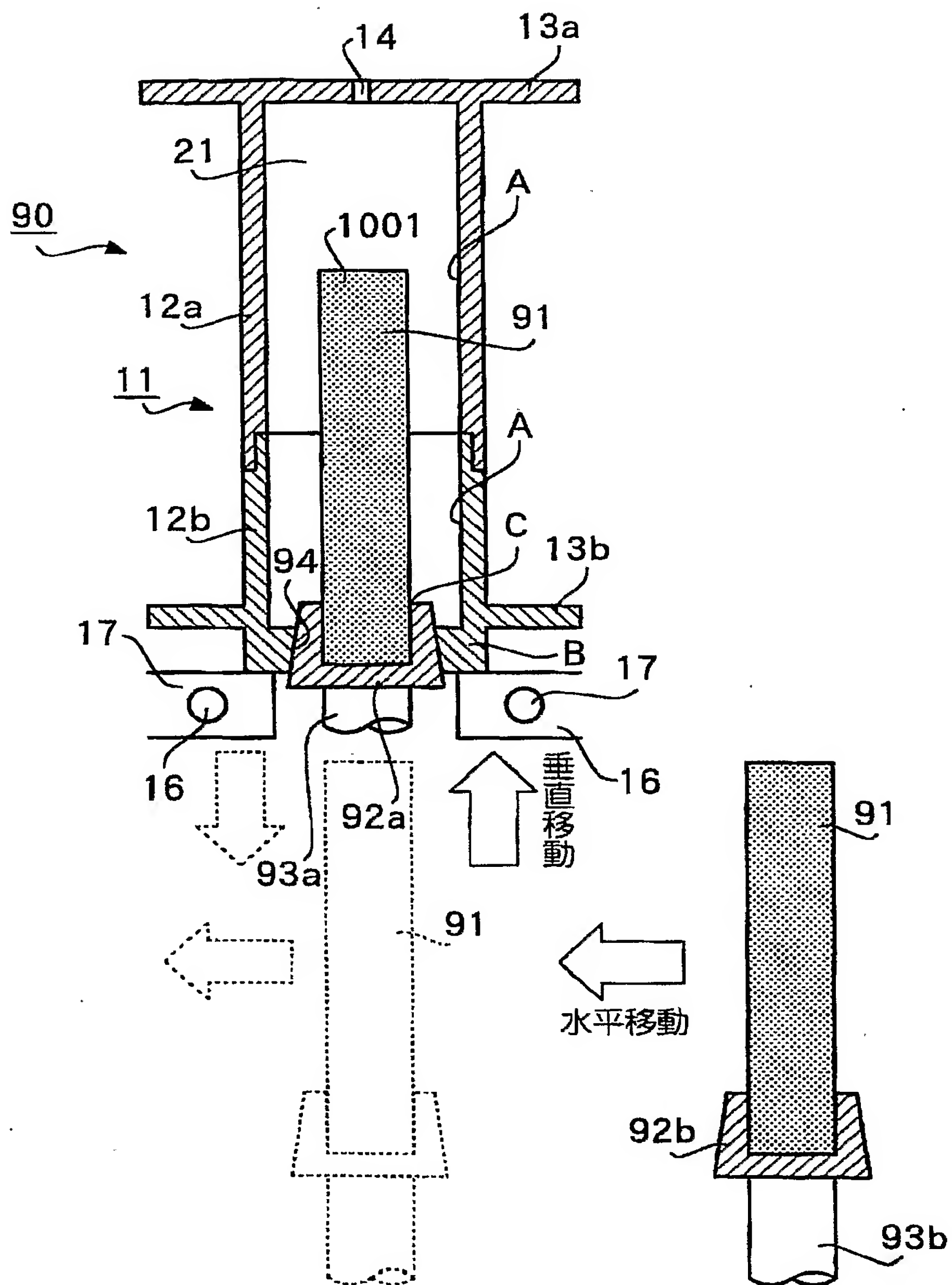




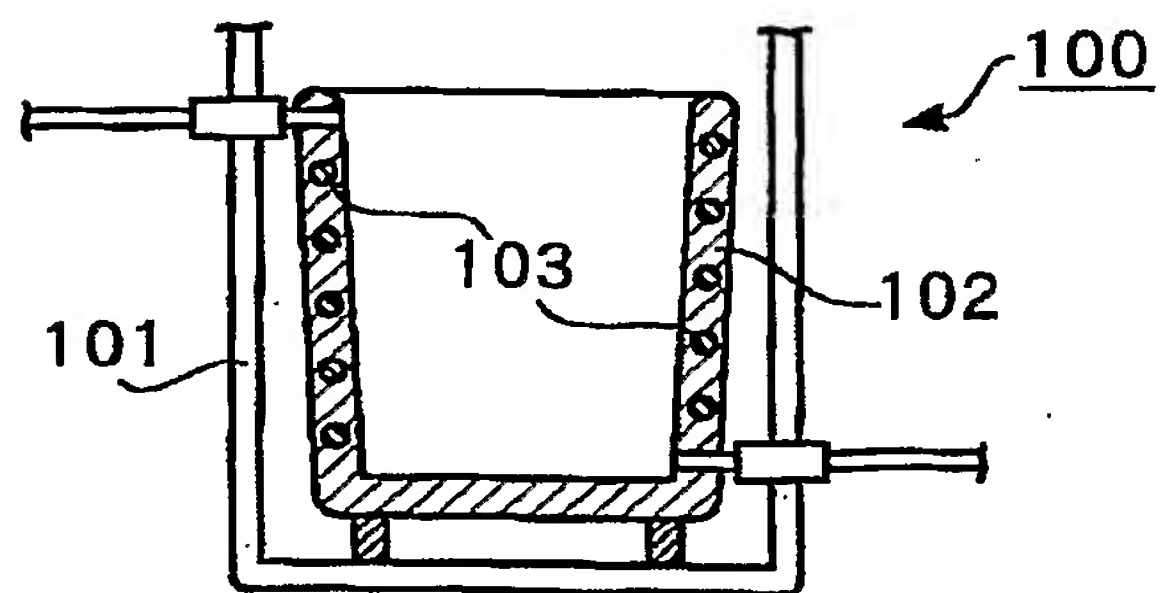
【図 9】



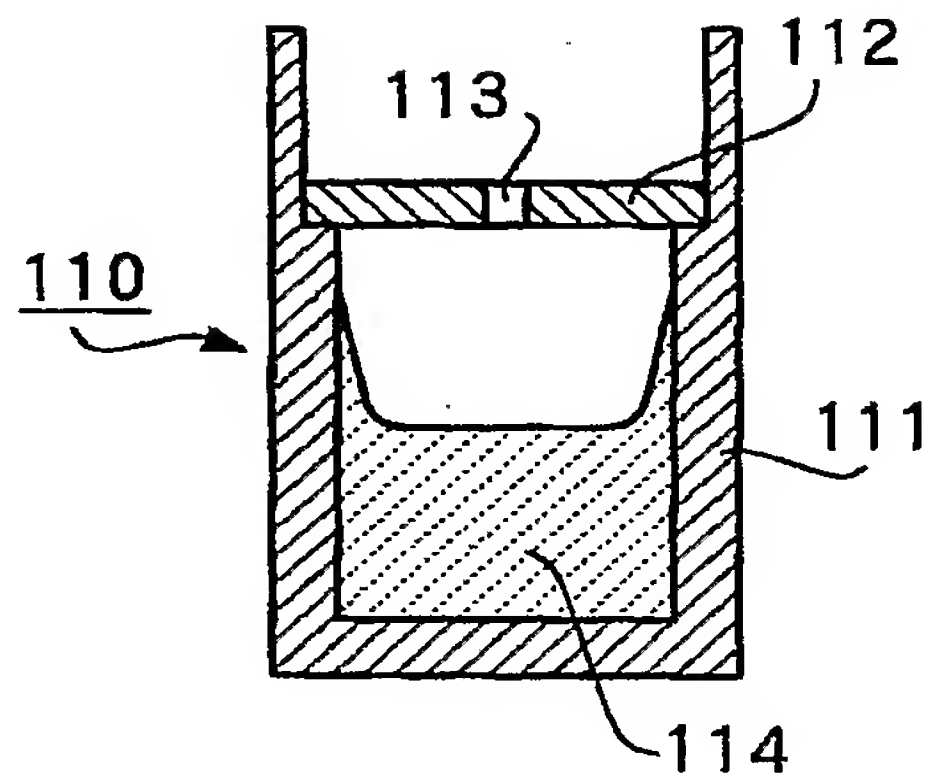
【図 10】



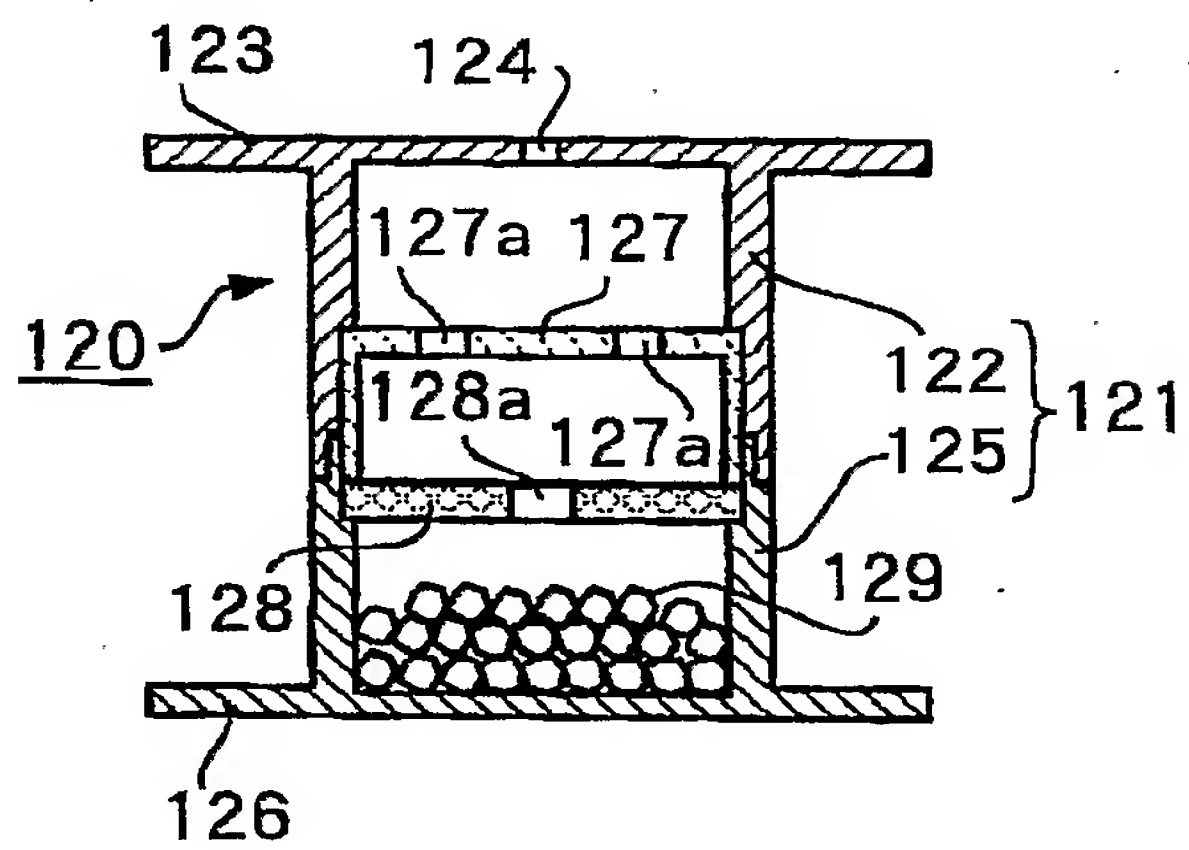
【図 11】



【図 12】



【図 13】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 密封型蒸発源に伴う従来の各問題点を改善して、昇華性材料の領域で該密封型蒸発源を効果的に実用化可能にすること。

【解決手段】 昇華性の蒸発材料を蒸着する真空蒸着において、噴射用開口 1 4 を配しかつ内面からの放射熱により該蒸発材料を蒸気化する領域を有する気体密封型加熱容器 1 1 と、蒸発材料を加熱容器 1 1 からの伝導熱によっては蒸発しない領域に保持させる保持部 1 5 とを備え、発生する蒸気を噴射用開口 1 4 から容器外部の蒸着対象面に向けて噴射させるようにする。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 4 - 0 1 4 3 4 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 5 0 1 2 3 5 1 9 4 ]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 6 月 1 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

埼玉県さいたま市北浦和 4 丁目 1 番地 6 号 小室第三ビル 4 階

氏 名

クラスターイオンビームテクノロジー株式会社

特願 2 0 0 4 - 0 1 4 3 4 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 2 0 1 8 1 4 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

千葉県茂原市大芝 6 2 9

氏 名

双葉電子工業株式会社